



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta mechatroniky, informatiky
a mezioborových studií ■

POUŽITÍ NANOVLÁKENNÝCH NOSIČŮ NANOABRAZIV

Bakalářská práce

Studijní program: B3942 – Nanotechnologie
Studijní obor: 3942R002 – Nanomateriály

Autor práce: **Josef Pošmourný**
Vedoucí práce: doc. RNDr. Miroslav Šulc, Ph.D.





TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC
Faculty of Mechatronics, Informatics
and Interdisciplinary Studies ■

APPLICATION OF NANOFIBER CARRIERS OF NANOABRASIVES

Bachelor thesis

Study programme: B3942 – Nanotechnology
Study branch: 3942R002 – Nanomaterials

Author: **Josef Pošmourný**
Supervisor: doc. RNDr. Miroslav Šulc, Ph.D.



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií
Akademický rok: 2013/2014

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Josef Pošmourný**
Osobní číslo: **M11000054**
Studijní program: **B3942 Nanotechnologie**
Studijní obor: **Nanomateriály**
Název tématu: **Použití nanovláknenných nosičů nanoabraziv**
Zadávací katedra: **Ústav nových technologií a aplikované informatiky**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Seznamte se s problematikou zabudování nanoabraziv do nanovláken.
2. Naučte se pracovat s optickými přístroji, určenými pro charakterizaci leštěných povrchů.
3. Podílejte se na vývoji metodiky charakterizace povrchů, leštěných nanovláken.
4. Spolupracujte na optimalizaci leštícího procesu pro přípravu velmi kvalitních optických povrchů.
5. Zhodnoťte používané metody charakterizace kvality povrchů i optimalizace leštícího procesu.

Rozsah grafických prací: dle potřeby
Rozsah pracovní zprávy: cca 45 stran
Forma zpracování bakalářské práce: tištěná/elektronická
Seznam odborné literatury:

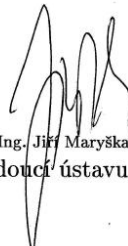
- [1] MALACARA, D. Optical Shop Testing (3rd Edition), John Wiley & Sons Copyright, 2007, ISBN:978-0-471-48404-2.
- [2] ŽEMLIČKA, J. editor, Kurz o opracování krystalů a křehkých materiálů, Dům techniky ČSVTS, Ústí nad Labem.
- [3] VARGA, Zdeněk. Technologie broušení rovinných ploch syntetických monokrystalů, Liberec, 2007, 83 s. Diplomová práce, Fakulta strojní, Technická univerzita v Liberci. Vedoucí diplomové práce Rudolf Vrzala.
- [4] ENOMOTO, T., SATAKE, U., MIYAKE, T., TABATA N. A newly developed polishing pad for achieving high surface flatness without edge roll off. CIRP Annals - Manufacturing Technology 60, 2011, 371-374.
- [5] LEE, H.S. et al. Hybrid polishing mechanism of single crystal SiC using mixed abrasive slurry (MAS). CIRP Annals - Manufacturing Technology 59, 2010, 333-336.
- [6] TSAI, Ming-Yi, YAN, Lie-Wei. Characteristics of chemical mechanical polishing using graphite impregnated pad. International Journal of Machine Tools and Manufacture 50, prosinec 2010, 1031-1037.
- [7] ZHANG, Lei et al. Preparation of monodisperse polystyrene/silica core-shell nano-composite abrasive with controllable size and its chemical mechanical polishing performance on copper. Applied Surface Science 258, 2011, 1217-1224.
- [8] Časopisecká literatura dle zadání vedoucího BP

Vedoucí bakalářské práce: doc. RNDr. Miroslav Šulc, Ph.D.
Katedra fyziky

Datum zadání bakalářské práce: 21. října 2013
Termín odevzdání bakalářské práce: 16. května 2014


prof. Ing. Václav Kopecký, CSc.
děkan




prof. Dr. Ing. Jiří Maryška, CSc.
vedoucí ústavu

V Liberci dne 21. října 2013

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé bakalářské práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum:

Podpis:

Poděkování

Na prvním místě bych rád poděkoval vedoucímu své bakalářské práce doc. RNDr. Miroslavu Šulcovi, Ph.D a konzultantovi Bc. Jaroslavu Polákovi za vedení během řešení mé práce, poskytnuté rady a především trpělivost, kterou se mnou měli během jejího řešení.

Dále bych chtěl poděkovat celému ústavu TOPTEC a firmě Polpur s.r.o. za příkladnou spolupráci a poskytnuté zkušenosti během řešení experimentální části.

V neposlední řadě musím poděkovat všem ostatním lidem, kteří mě pomohli ať už s gramatickou či slohovou stránkou věci, nebo jen psychickou podporou.

Anotace

Tato práce se zabývá zlepšením drsnosti optických součástí vyráběných za pomoci CNC technologie. Provádí se pilotní experimenty, které mají za cíl vyselektovat vhodnou technologii. A byla by přenositelná na leštění asférických ploch. Oproti klasickému leštění se nezabývá úběrem materiálu, ani změnou tvaru. Namísto toho hledáme technologii CNC leštění, kterou by bylo možné dosáhnout drsnosti $R_q < 0,3 \text{ nm}$.

Prvotní výběr abraziv a leštících podložek byl proveden na základě rešerše řady diplomových a disertačních prací a odborných článků, dále byla využita odborná znalost zaměstnanců ústavu TOPTEC a firmy Polpur s.r.o.

Práce se podílí na vývoji dosud neznámé technologie ultra jemného leštění asférických ploch v rámci projektu METIS. A její výsledky jsou zatím slibné. Testování stále probíhá.

Klíčová slova: asférická optika, leštění, drsnost, smola, sub-aperturní nástroje, koloid oxidu ceričitého, sklokeramika SITAL

Annotation

The aim of the thesis is to identify the key elements for technology to improve roughness of strongly aspherical optical elements pre-polished by CCM (computer controlled polishing) technology. Required roughness, in the order of 0.3nm RMS, cannot be typically achieved by standard CCM sub-aperture polishing.

This work presents set of experiments performed on crystalline-glass material (ASTROSITALL) concluding that use of colloidal Cerium oxide slurry together with set of small sub-aperture viscoelastic tools (soft pitch pellets in cup-like pattern) improves RMS roughness to angstrom level while removing only <50nm of material. Therefore it's a good candidate for technology and tool to improve roughness of aspherical optics. Further test are recommended.

It was found that the main feature of proprietary prepared colloidal Cerium oxide slurry is small average particle size and narrow particle size distribution, which was further reduced in polishing process by use of bowl-feed polishing method.

Key words: aspherical optics, polishing, roughness, pitch, sub-aperture tools, Cerium oxide slurry, crystalline-glass SITAL,

Obsah

1	Úvod, cíle a motivace práce.....	- 1 -
1.1	Motivace	- 1 -
1.2	Cíle, struktura a organizace práce.....	- 2 -
2	Úvod do leštění.....	- 3 -
2.1	Vlivy ovlivňující leštící proces – dopady na drsnost.....	- 4 -
2.2	Klasické leštění	- 7 -
2.3	CNC leštění	- 8 -
2.4	Typické a sub-aperturní leštící nástroje.....	- 8 -
2.4.1.	Nástroje, leštící podložky.....	- 10 -
2.4.2.	Leštiva.....	- 14 -
2.5	Použití nanoabraziv zabudovaných v nanovlákních	- 15 -
2.6	Úvod do měření.....	- 16 -
2.7	Měření drsnosti.....	- 18 -
2.7.1.	WLI Technologie.....	- 18 -
2.7.2.	Filtrace dat.....	- 19 -
2.8	Měření tvaru	- 20 -
3	Metodika a struktura experimentů.....	- 22 -
3.1	Předleštění a příprava vzorku	- 22 -
3.2	Definice experimentů	- 24 -
4	Experimentální část	- 26 -
4.1	Předleštění.....	- 26 -
4.2	Testy s PTFE nástroji	- 27 -
4.3	Testy s vláknennou podložkou	- 31 -
4.4	Testy se smolou	- 34 -
4.5	Test s ledem.....	- 38 -
4.6	Výsledky dosažené klasickým leštěním	- 39 -

5	Vyhodnocení experimentů a analýza leštiv	- 41 -
5.1	Smola a koloid	- 41 -
6	Závěr.....	- 44 -
	Literatura	- 46 -

1 Úvod, cíle a motivace práce

Úvod bakalářské práce jsem se rozhodl netradičně rozdělit do dvou částí. Je to způsobeno především jejím značným zapojením do projektu METIS, což je projekt Evropské kosmické agentury, zabývající se sadou kosmických zrcadel. Rád bych tedy nejprve stručně popsal motivaci této práce a poté teprve cíle, strukturu a organizaci.

1.1 Motivace

Jak jsem již uvedl výše, tato práce je součástí řešení projektu METIS (The multi element telescope for imaging and spectroscopy for the solar orbiter milion). Jedná se o sadu zrcadel, která bude součástí slunečního koronografu METIS družice SOLAR ORBITER.



Obrázek 1 – příklad zrcadla [8]

Skládají se ze sklokeramického materiálu, a mají odchylku od best fit sféry $40\text{ }\mu\text{m}$, což znamená, že jsou silně asférická. Jejich výroba je proveditelná pouze díky CNC technologii. Tvarového požadavku (cca $\lambda/2$ PV) jsme touto technologií schopni dosáhnout již nyní, což se nedá říci o požadavku na drsnost, který činí $0,3\text{ nm}$. To znamená, že zrcadla jsou vyrobitelná pouze za pomoci CNC technologie, kterou se ovšem zatím nepodařilo dosáhnout takto malé drsnosti.

V této práci tedy hledáme postup pro zlepšení drsnosti bez toho, abychom se zabývali změnou tvaru, což je pro leštění značně netypická situace. Nicméně v našem

specifickém případě si můžeme dovolit tvar i mírně zhoršit, pokud to přinese výrazné zlepšení drsnosti.

Ideální hledaná technologie z povrchu materiálu skoro nic neodebírá, v podstatě jen vyhladí kopce na povrchu předleštěného materiálu, což je opět proti myšlence klasického leštění, kde se hledá co možná nejefektivnější proces úběru materiálu. Díky výše zmíněnému tato práce zapadá do mého studijního oboru, jelikož se snažíme najít technologii, která bude materiál uhlazovat na atomární úrovni.

1.2 Cíle, struktura a organizace práce

Cílem práce je provést pilotní experimenty a provést „rozstřel“ technologií, to znamená pokusit se vyselektovat slibnou technologii, která výrazně zlepšuje drsnost.

Bude provedena zběžná rešerše literatury a také díky konzultacím budou vyselektovány potenciálně zajímavé směry, které budou následně otestovány. Testy budou probíhat tak, aby byla zajištěna jejich možná převeditelnost na leštění za pomoci CNC technologie. To znamená, že provedeme testy změn drsností pro různé podložky a leštiva na rovinném vzorku, ale za pomoci nástroje, který je použitelný pro CNC obrábění.

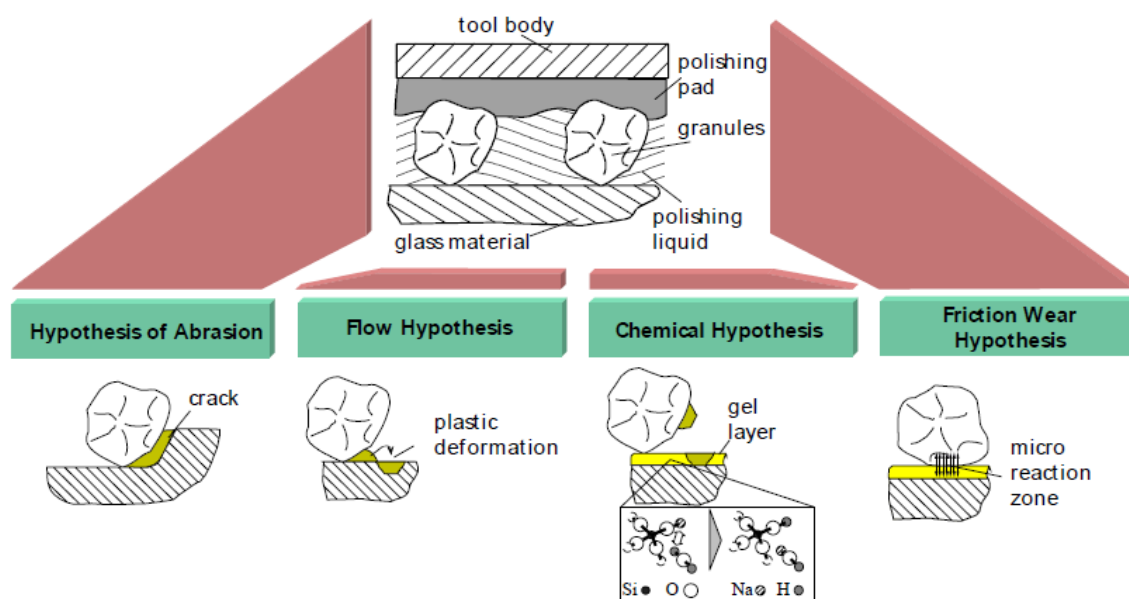
Práce je rozdělena do dvou ucelených částí, v části teoretické se zabývám především problematikou klasického a CNC leštění, od kinematiky procesu, přes různé leštící nástroje, až po abraziva. Dále se snažím popsat problematiku měření optických součástí.

V části praktické jsem se zabýval metodikou a samotným provedením experimentů, díky kterým jsme požadovanou technologii pravděpodobně našli. V současné době se v testech pokračuje, nyní již na asférickém povrchu.

2 Úvod do leštění

V moderní době dochází k masivnímu rozvoji optických a opto-mechanických přístrojů. Díky tomuto rozvoji jsou kladeny stále vyšší nároky na přesnost jednotlivých optických prvků. A to nejen skleněných, ale i krystalických či kovových.

Leštění je při výrobě optických součástí finální operací, která následuje po hrubém a jemném broušení či frézování. Dosahuje se tvarové přesnosti ve zlomcích λ a drsnosti povrchu až v řádu desetin nanometrů. Pro příklad můžeme uvést, že povrch před leštěním je matný, má drsnost 0,4 až 0,5 μm [1], kdežto po leštění mají lesklý a průhledný povrch s drsností v řádu nanometrů.



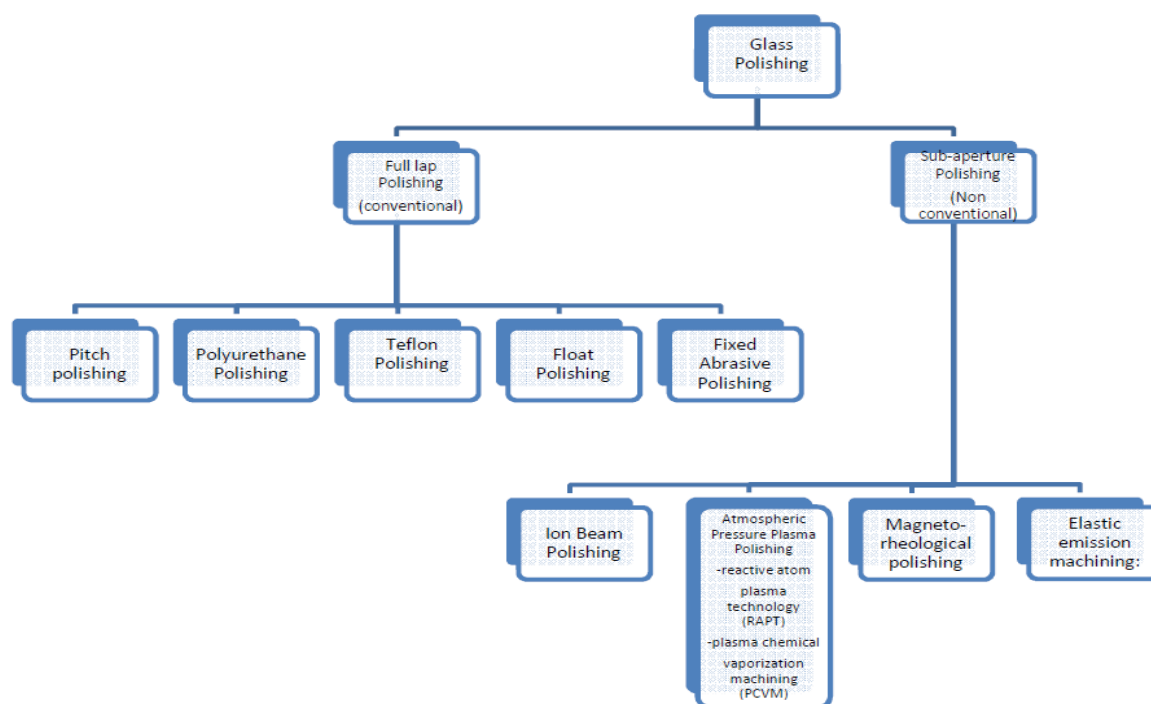
Obrázek 2 – hypotézy leštění [2]

Principiálně je leštění považováno za komplexní mechanicko-chemický proces, kde si mechanický princip leštění můžeme představit jako narušování povrchu leštěného materiálu neustálým atakem částic abraziva, které se nachází mezi leštěným materiálem a leštící podložkou. Tento atak je umocněn třecí silou, přičemž dochází jak k trvalé, tak k plastické mechanické deformaci. Viz Rayleighova a Beilbyho teorie[2].

Chemický princip je založen na teorii aktivní povrchové vrstvy. Tato vrstva se tvoří především na místech lokálně zahříváných vlivem tření suspenze složené

z abraziva a vody. Vlivem dodané energie dochází k rozpouštění skla, nebo k přímým chemickým reakcím s abrazivem, které tuto měkkou vrstvičku leštěného materiálu odstraňuje. Důkazem chemického principu je nárůst zásaditosti leštící suspenze.

Jednotlivé druhy leštících procesů rozebereme více v následujících kapitolách. Viz schéma níže.



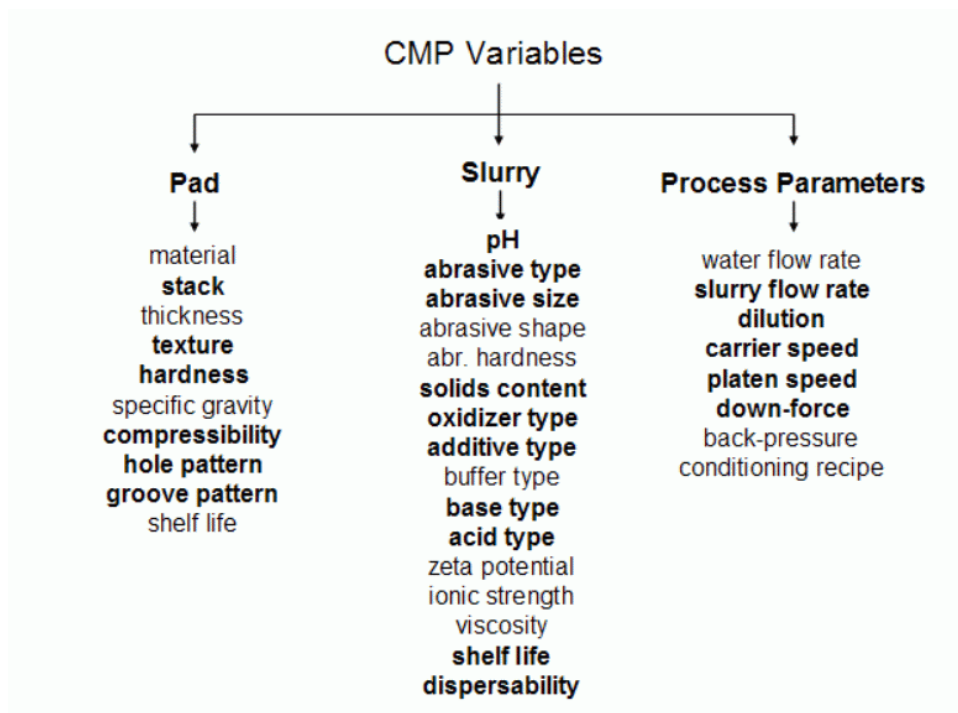
Obrázek 3 – rozdělení leštění [5]

2.1 Vlivy ovlivňující leštící proces – dopady na drsnost

Vlivů ovlivňující leštící proces je mnoho a jedná se tedy o složitý a dosud ne zcela popsáný proces. Mezi hlavní leštící podmínky patří:

- kvalita a drsnost povrchu po předchozím opracování
- materiál obrobku
- materiál leštící podložky
- poměr velikosti plochy leštícího nástroje k ploše obrobku
- velikost částic a druh leštiva
- koncentrace a pH leštící suspenze
- rychlost, teplota a tlak při leštění [1]

- na obrázku níže vidíme ostatní vlivy ovlivňující leštění.



Obrázek 4 – vlivy ovlivňující leštící proces [19]

Vzhledem k tomu, že se v této práci nezabýváme tvarem, kterého jsme schopni již nyní dosáhnout, ale drsností, tak se nebudu dále věnovat vlivům ovlivňující především úběr a rychlost procesu, jako je přitlačná síla, rychlost otáček a velikost styčných ploch. Zanedbáme i pH, které sice má vliv na drsnost, ale nikoliv řádový. Viz příložený graf pro námi nejčastěji používané abrazivum CeO_2 níže.

Výše zmíněné vlivy na leštění (především úběr materiálu) se snaží popsat Prestonova rovnice: [3]

$$\frac{dz}{dt} = C_p \frac{L}{A} \frac{ds}{dt}$$

Kde je úběr lineárně závislý na tlaku a rychlosti otáček, jinými slovy na třecí síle působící na leštěný materiál, viz obrázek níže.

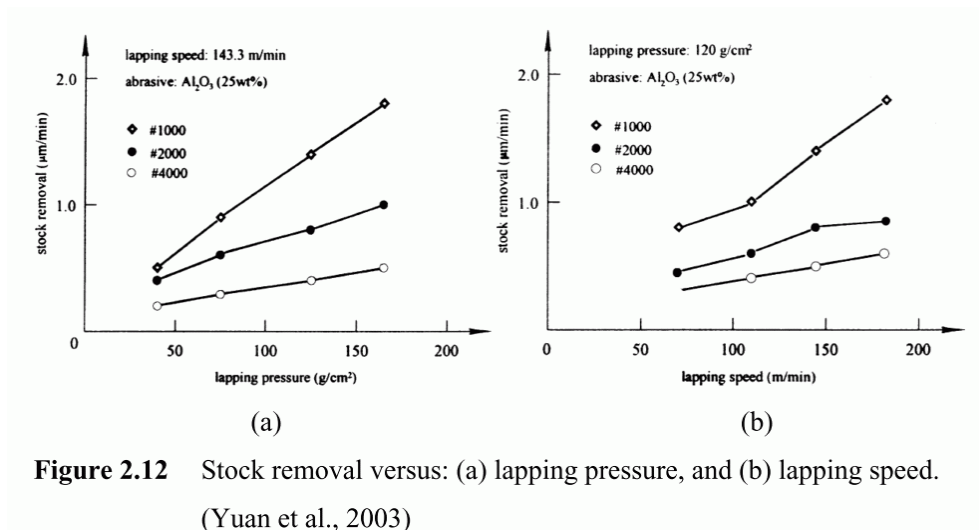
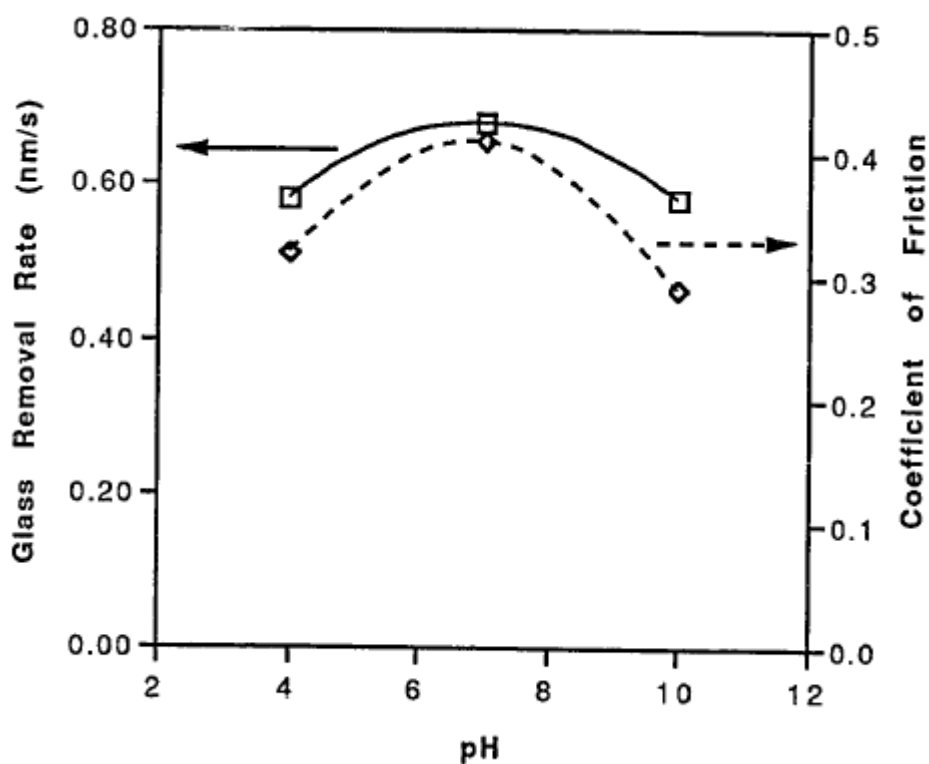


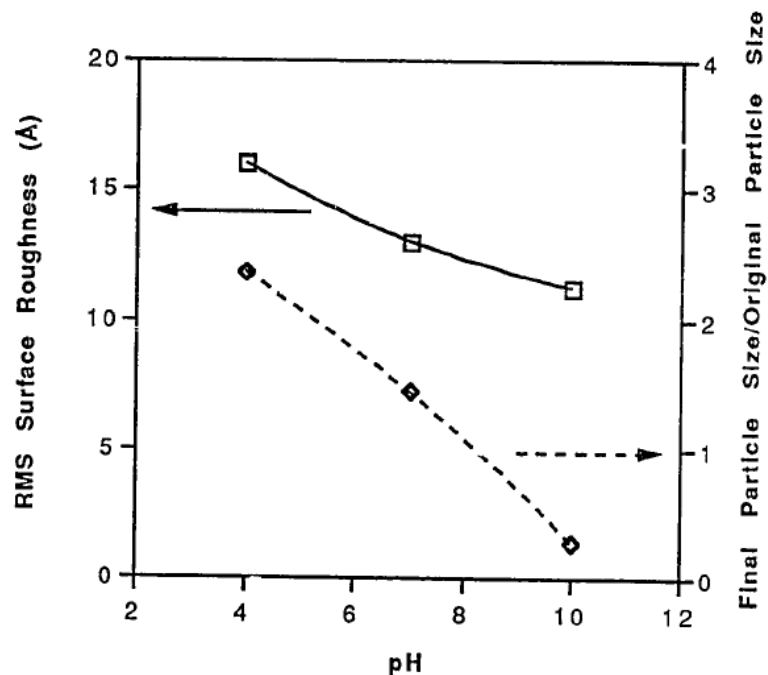
Figure 2.12 Stock removal versus: (a) lapping pressure, and (b) lapping speed. (Yuan et al., 2003)

Obrázek 5 – příklad vlivu rychlosti a přitlaku na úběr materiálu [3]



Obrázek 6 – vliv pH na úběr materiálu [3]

Tento vliv popisuje již výše zmíněná Prestonova rovnice, nicméně vliv na drsnost je daleko složitější proces. Michael Cumbo Ph.D u některých leštěných materiálů indikuje, že to souvisí s velikostí zrna[3], viz následující obrázek.



Obrázek 7 – vliv pH na změnu drsnosti pro CeO_2 a sklo BK7 [3]

2.2 Klasické leštění

Základem klasického leštění je léty prověřená autorotační kývavá mechanika. Tento princip je prozíravě jednoduchý a logický. Je založený na rotujícím kotouči, na kterém je umístěn leštěný materiál, po kterém se autorotačním pohybem otáčí nástroj, který je srovnatelné velikosti jako obrobek. Tento nástroj má na vrchní části důlek, v kterém je umístěn vodící trn, který uděluje přes excentr nástroji kývavý pohyb. Nástroj a leštěný materiál mohou být umístěny i opačně.

Tímto jednoduchým principem je dosaženo toho, že jeden bod nástroje se setká pouze jednou s jedním bodem leštěného materiálu. Samozřejmě prostřednictvím malé vrstvičky leštící suspenze.

Díky tomuto jednoduchému principu dochází k tomu, že jsou nejprve odlešfovány vyvýšeniny, až je časem dosaženo hladkého povrchu. K leštění jsou používány různé leštící směsi a podložky, o kterých více níže.

Nevýhodou tohoto léty prověřeného mechanismu je to, že tímto způsobem nelze leštit tvarově složitější objekty, jako pro mnohé moderní aplikace potřebné asférické tvary.



Obrázek 8 – fotografie klasické kývavé mechaniky [10]

2.3 CNC leštění

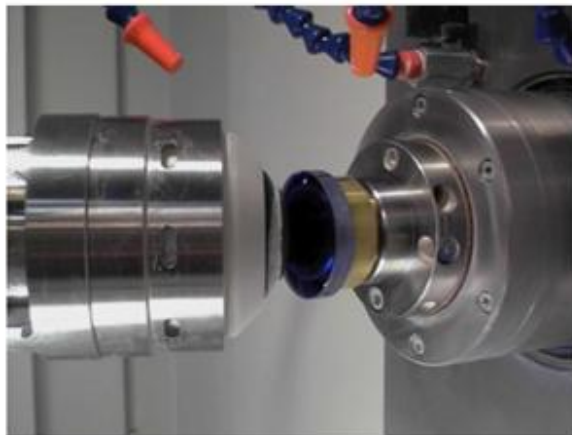
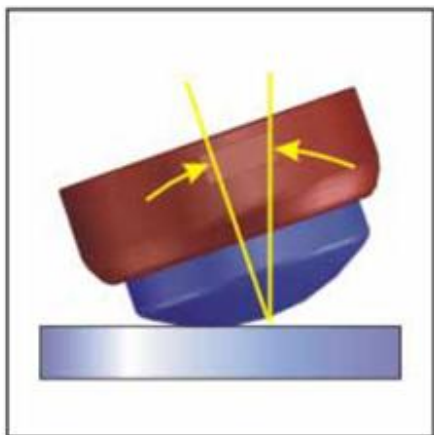
CNC leštění zažívá v posledních desetiletích bouřlivý rozvoj, jelikož se dostatečně zdokonalily jak měřicí, tak výrobní technologické postupy, které umožňují leštění s dostatečnou přesností. CNC leštění je rozšířené u výroby asférických povrchů, které díky svému tvaru nelze vyrábět na klasických leštících strojích s kývavou mechanikou.

Asférická optika se leští různými druhy sub-aperturních nástrojů, to znamená, že je menší, než leštěný díl (např. velikost nástroje 3 mm při čočce průměru 100 mm), lokálně odebírá materiál a řízeně se pohybuje. Tento přístup umožňuje lokálně odlešťovat tvarové odchylky na asférických plochách. Vzhledem k menší stabilitě lešticího procesu ve srovnání s klasickou koncepcí, jsou dosahované tvarové odchylky větší, než je typické pro klasické leštění sférických a rovinných optických elementů.

Další nutnou podmínkou pro dosažení dostatečné kvality povrchu je pravidelné měření leštěného povrchu, na jehož základě se softwarově upravuje samotný leštící proces.

2.4 Typické a sub-aperturní leštící nástroje

Mezi typické sub-aperturní nástroje, které se používají především při leštění asférických tvarů, spadají různé podložky na bázi polyuretanové pěny, které jsou nalepeny na rotující nástroj. Tento nástroj může být jak rovinný nebo sférický, tak pružný, membránový.



Obrázek 9 – další příklad sub-aperturních nástrojů [16]



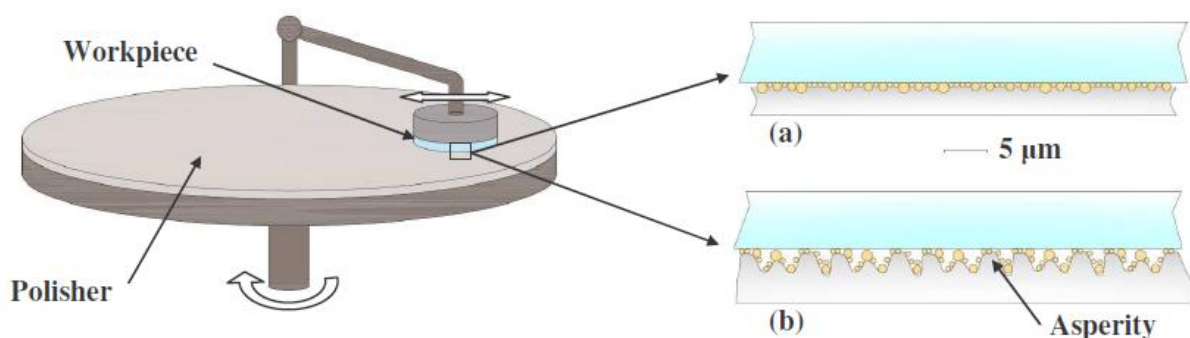
Obrázek 10 – Typy asférických nástrojů používaných firmou OPTOTECH [17]

Tento nástroj je umístěn na rotující hřídeli s měnitelnou osou rotace. Jako leštící suspenze se nejčastěji používá oxid ceritový.

Při klasickém leštění se na rozdíl od CNC používají leštící nástroje, které jsou srovnatelné velikosti jako leštěný materiál, přesněji v poměru 1:0,8-0,95 s tím, že jednotkový rozměr má součást upnutá na nuceně rotujícím kole, tedy dole. Na nástroj se následně nanáší buď smola, kterou se dosahuje nejlepších tvarových přesností, nebo různé leštící podložky, ať už na bázi polyuretanu, nebo měkké vlákenné podložky, které se dobře přizpůsobují povrchu.

2.4.1. Nástroje, lešticí podložky

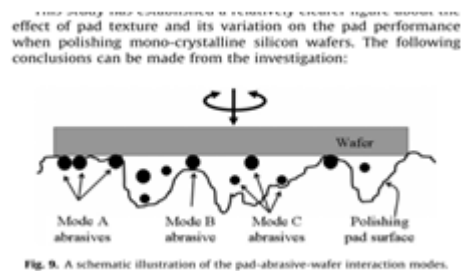
Nástroje dělíme do tří základních skupin. První jsou měkké nástroje, které reprezentují různé typy podložek, dále jsou tvrdé nástroje, které zastupují teflonové nástroje, polyuretany, kovové nástroje a poslední řadě visko-elastické nástroje typicky smola (přírodní či syntetická). Liší se především ve schopnosti se přizpůsobit tvaru leštěného materiálu, a to jak globálnímu, tak v mikro až nano-rozměru. Touto schopností ovlivňují typ interakce nástroj – abrazivo – leštěný materiál. Viz obrázek níže.



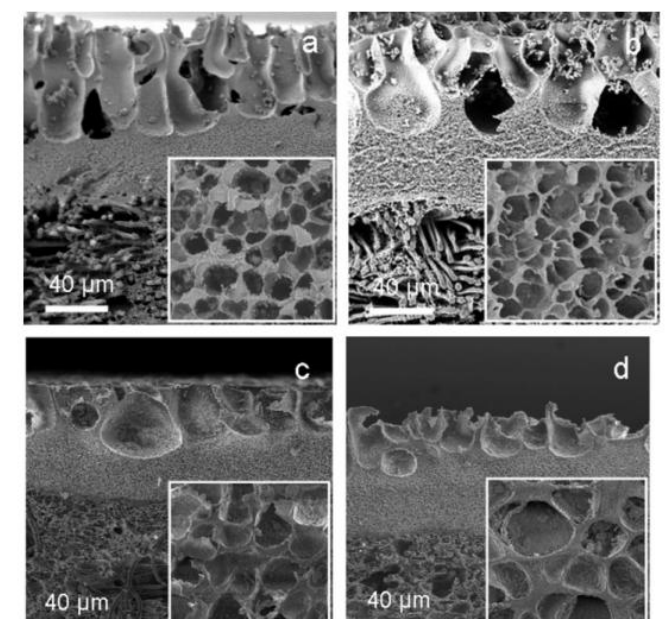
Obrázek 11 – interakce abraziva a podložky [2]

a. Měkké

Měkké nástroje jsou charakteristické tím, že se přizpůsobují dokonale tvaru leštěného materiálu, nicméně již dle představy naznačené na obrázku nemusejí umožnit vyniknutí vlastností abraziv s malou velikostí částic. V našem případě jsme používali vláknennou podložku Alupol plus. Jedná se o vláknennou podložku s extrémně vysokou hustotou vlákna určenou pro chemicko-mechanické leštění, zejména silikonových waferů v elektronickém průmyslu. Dle výrobce vhodnou pro abraziva o velikosti od 0,1-3 μm [4].



Obrázek 12 – typ kontaktu u měkké podložky [14]

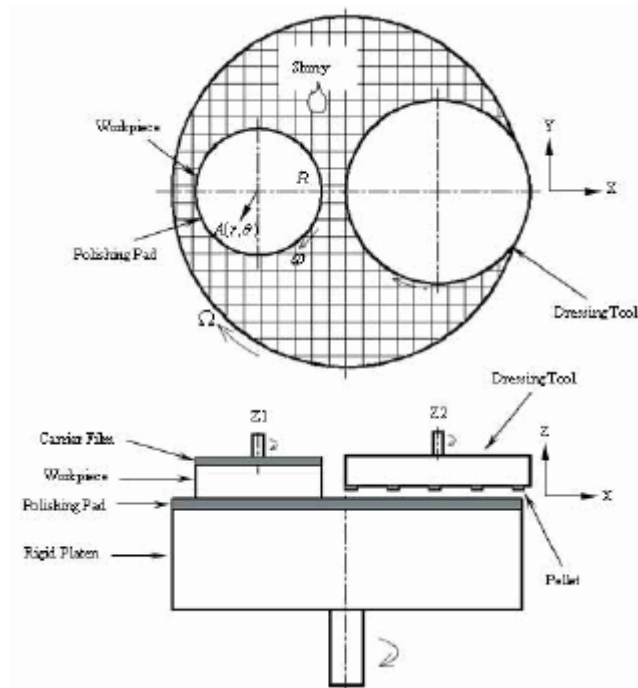


Obrázek 13 – řez měkkou podložkou a její postupné obrušování [14]

b. Tvrdé

Tvrdé nástroje se leštěnému tvaru nepřizpůsobují takřka vůbec a zároveň jsou časově stálé, takže nástroj nemusíme upravovat jako například smolné nástroje.

Do této kategorie spadají teflonové a polyuretanové nástroje. Otěru odolné polyuretanové pěny se využívají již řadu let pro svou snadnou manipulaci, rychlost leštění a na rozdíl od smolných nástrojů je není potřeba často upravovat během samotného procesu leštění. Je možné je použít buď jako podložky, které se nalepí na nástroj (především u CNC leštění), nebo v konfiguraci uvedené níže.



Obrázek 14 – souprava pro leštění na PU [5]

Dalším představitelem této skupiny nástrojů jsou teflonové nástroje (PTFE). Fungují dobře při konfiguraci, kde je tenká vrstvička teflonu na nástroji, který kopíruje tvar leštěného materiálu. Drobnou nevýhodou PTFE nástroje tedy je nutnost nástroj před samotným leštěním velmi dobře zajet. Následně ovšem vydrží být stálý až 18 měsíců[5]. Za pomoci teflonu se dá dosáhnout drsnosti v řádu desetin nanometrů.



Obrázek 15 – zajíždění PTFE nástroje [20]

c. *Visko-elastické*

Visko-elastické nástroje se povrchu leštěného materiálu přizpůsobují jen částečně, především na místech, kde lokálně dochází k zvýšení teploty a tlaku především vlivem tření.



Obrázek 16 – smolný nástroj [18]

Klasickým představitelem visko-elastického nástroje je smola. Jedná se o historický materiál, který se používá již po generace a i dnes má mnoho výhod pro které je stále používán. Leštění za pomoci smoly je sice náročné na obsluhu a také na čas, nicméně se za její pomoci dosahují dodnes jedny z nejlepších tvarů i drsností.

Z toho vyplývá, že sféry a roviny s tvarovou specifikací 50 nm PV a drsností v desetinách nanometrů se dají vyrobit. Je možné vyrobit i mírné asféry (typicky parabolické a hyperbolické plochy) s odchylkou menší než 5 μm od best fit sféry. Když je odchylka větší tak se smola dle zkušeností zaměstnanců ústavu nestíhá přizpůsobovat tvaru výrobku a deformaci tvaru leštěného materiálu a lokálnímu poškození povrchu.

Přírodní smola se skládá především z dřevo-dehtové smoly, pryskyřice a asfaltu v různých provedeních. Její vlastnosti se dají ovlivňovat přidavkem terpetýnu z mízy borovic pro zvýšení teploty tání či včelí vosk pro její snížení. Mezi podstatné vlastnosti patří viskozita (od 107 Pa.s do 109 Pa.s)[5], bod měknutí (55-70 °C) [5] a tvrdost.

2.4.2. Leštiva

Správný výběr vhodného abrazivního materiálu má podstatný vliv na výslednou kvalitu leštěného materiálu. Tento vliv lze částečně zobecnit tak, že leštivo by mělo mít vyšší tvrdost, než leštěný materiál a dále čím jemnější velikost zrn, tím kvalitnějšího povrchu lze dosáhnout. Nesmíme však zanedbat vliv agregace abraziva a také leštícího nástroje. Nicméně např. chemické interakce mohou celý proces zásadně ovlivnit, například safír s tvrdostí 9-mohs, je leštitelný pomocí koloidu SiO_2 s tvrdostí 6-mohs. Je to důsledkem vzniku měkké vrstvy na povrchu safíru po interakci materiálu s leštivem.

Abrasive	Hardness (Moh's Scale)
Al_2O_3 (α)	9
Al_2O_3 (γ)	8
Al O(OH)	3.5-7
Al (OH)_3	2.5-3.5
CeO_2	---
Cu_2O	3.5-4
Diamond	10
MgO	5.5
SiC	9.5
SiO_2	6-7
TiN	9
TiO_2	5.5-6.5
ZrO_2	6.5

Table 2.4 Hardness of commonly used abrasive particles [13]

Tabulka 1 – tvrdost abraziv [3]

Leštiva se většinou dodávají ve formě čistého syntetického prášku, o dané velikosti částic. Z tohoto prášku se následně připraví vodní suspenze o určité koncentraci, která je přidávána na povrch leštěného materiálu.

a. Materiály

Mezi klasické a běžně užívané materiály pro výrobu leštiv patří oxid hlinitý (Al_2O_3), který jsme použili jak ve formě nanoprášku, tak v koloidním roztoku. Dále jsme používali leštící směs na bázi oxidu ceričitého CeO_2 pod značkou Cerox 1670, který je vhodný jak pro ruční, tak především pro strojní leštění skel i krystalů, nebo opalín, který se vyznačuje vyšší čistotou a jemností.

Další abraziva jsme již nepoužívali, ale zmiňme ještě alespoň růž, což je abrazivum na bázi Fe_2O_3 .

b. Velikost granulí

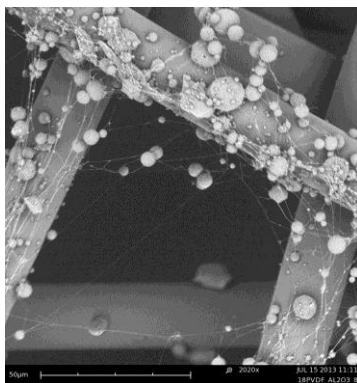
Jak bylo zmíněno výše, velikost částic značně ovlivňuje výsledný charakter povrchu, především drsnost[3]. Proto každý výrobce tento údaj uvádí. Nesmíme však zapomenout, že se částice poměrně rychle shlukují do větších uskupení, agregátů. Tyto shluky ovšem v mnoha případech nejsou na škodu, jelikož je při kontaktu s nástrojem opět rozbíjejí na jednotlivá zrna.

Použité druhy leštiv				
	Nano Al_2O_3	Koloidní Al_2O_3	Cerox 1670	Opaline
Základní materiál	Al_2O_3	Al_2O_3	CeO_2	čistý CeO_2
Výrobce deklarovaná třední velikost částic	13 nm	0,1 μm	1,91 μm	1,5 μm

Tabulka 2 – použité leštiva a jejich střední velikost

2.5 Použití nanoabraziv zabudovaných v nanovlákněch

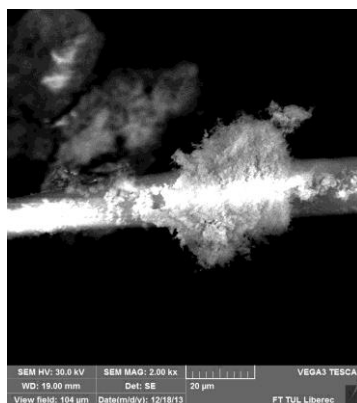
Nanoabraziva zabudovaná do nanovláken mají vysoký potenciál, vzhledem k vysokému měrnému povrchu a lepšímu ukotvení, které zajišťuje nanovláknem. Existují dva způsoby zabudování nanoabraziva do vlákna.



Obrázek 17 – částice abraziva v nanovlákně, společné zvlákněná [6]

Prvním z nich je výroba z disperze rozpuštěného polymeru a abraziva, kde se jako polymer používá polyvinylidenfluorid[6] (PVDF) a je rozpuštěn ve směsi dimethylacetamidu a acetonu v poměru 8:2. Práškové materiály jsou následně

rozmíchány v roztoku polymeru a ponechány 10 minut v ultrazvukové lázni. Tato disperze je následně zvlákněna z tyčky.



Obrázek 18 – částice abraziva zabudovaná mletím v kryomlýnku [6]

Druhý způsob přípravy je rozemletí homogenizované směsi nanovláken polyvinylbutyralu[6](PVB), které jsou připraveny zvlákněním z jehly a nanoabraziva. Mletí probíhá na kryomlýnku, dokonce bez nutnosti chlazení tekutým N₂. V obou případech se jako abrazivum používá oxid hlinitý a je potřeba dbát na to, aby byla směs dostatečně promíchána a nedocházelo k sedimentaci abraziva.

Pro zhodnocení kvality leštěných povrchů byla v centru TOPTEC vypracována metodika. Ta využívá přístroje popsané v kapitole měření. Na projektu se podílí také Polpur s.r.o.

Vzhledem k povaze této práce se problematice nanoabraziv zabudovaných v nanovlákních nebudeme dále věnovat a spokojíme se s tím, že vzhledem k drsnosti, kterou chceme především řádově zlepšit, se budou chovat podobně jako námi používané podložky ALUPOL, respektive ALUPOL podložka bude sloužit v dalším kroku jako referenční test. Nanovlákná se budou testovat v další fázi projektu a díky této práci jsme odhalili metodiku vyhodnocování.

2.6 Úvod do měření

Měření jak tvaru, tak drsnosti je pro leštění obzvlášť ultra přesných součástí velice podstatné a to především díky zpětné vazbě na samotné leštění. Především u moderních leštících metod, kdy se dle průběžného měření upravuje samotný proces.

Příkladem může být úprava optických elementů pomocí svazku urychlených Ar iontů. Jedná se tedy o lokální sub-aperturní nástroj, kterým je řízeně pohybováno po povrchu.

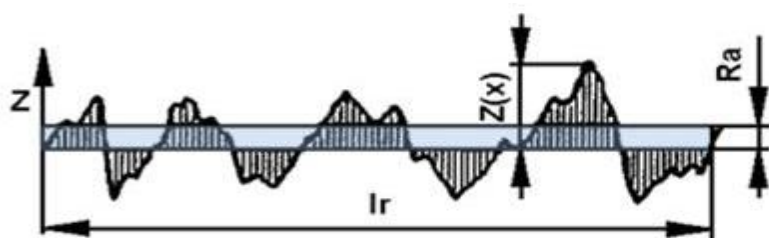
U optických součástí měříme především tvar a drsnost. V tomto úvodu charakterizujeme měřené veličiny a samotné měření popíšeme níže. Nejprve se budeme věnovat tvaru. Tvar u roviny či sfér je popsán jasně. U asférického tvaru je situace značně složitější.

Zatímco sférický tvar je jednoznačně popsán pouze svým poloměrem, tak rotačně symetrický asférický tvar je popsán rovnicí:

$$z = \frac{cr^2}{1 + \sqrt{1 - (1+k)c^2r^2}} + \sum_{i=1}^8 \alpha_i r^{2i} \quad [7]$$

Kde k je kónická konstanta, r jsou radiální souřadnice plochy, α_i jsou asférické koeficienty a c je křivost plochy vypočtená dle $c=1/R$, kde R je rádius náhradní sféry. Zlomek tak představuje sféru, k níž se přičítá polynom.

Nyní se budeme věnovat pojmu drsnost. Drsnost je zásadní údaj nesoucí informaci o mikročlenitosti povrchu. Drsnost totiž může značně ovlivňovat optické vlastnosti. Je charakterizovaná jednotkami „Ra“, „Rq“, „Sa“ a „Sq“, kde jednotky „R“ znamenají příčný profil a jednotky „S“ nesou informaci o plošném údaji. Všechny jednotky vycházejí ze vzdálenosti od střední čáry. Ta se získá metodou nejmenších čtverců. Tedy minimalizací součtu vzdáleností od středové čáry umocněných na druhou.

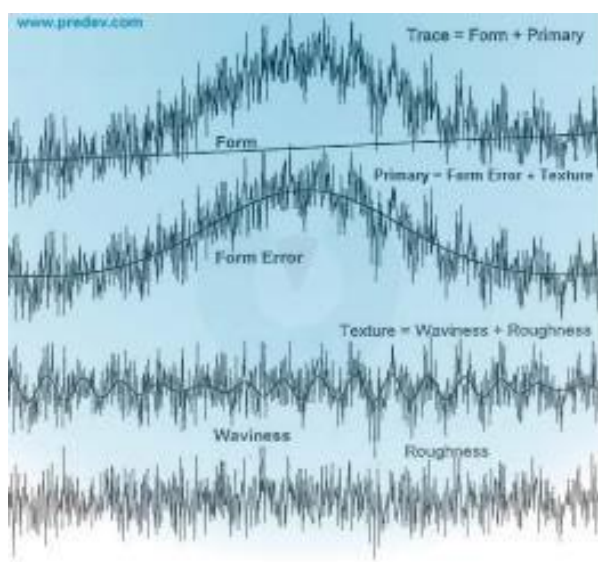


$$Ra = \frac{1}{lr} \int_0^{lr} |Z(x)| dx$$

Obrázek 19 – výpočet Ra [10]

Jednotky „a“ jsou poté pouhým aritmetickým průměrem odchylek od střední čáry a jednotky „q“ jsou střední kvadratickou odchylkou. Pro optiku se více hodí jednotka „Sq“, nebo „Rq“, jelikož jsou zvýrazněny vlivy větších odchylek, které mají také více negativní vliv na optické vlastnosti.

Velkým problémem je najít správný vztah mezi drsností a tvarem, jelikož tvar může do velké míry ovlivňovat výsledek drsnosti.



Obrázek 20 – návrh stanovení střední čáry, tvar vs. mikrodrsnost [7]

Proto se velmi často používá filtrace různých prostorových frekvencí, která nám umožní odečíst vliv tvaru na drsnost. Tématu filtrace se budeme věnovat níže.

2.7 Měření drsnosti

Měření drsnosti asférických ploch se neliší od měření rovinných ploch. Existuje mnoho různých měřitel, které dělíme na kontaktní a bezkontaktní.

Nejčastěji jsou používány AFM, kontaktní drsnoměry a interferometrie v bílém světle (WLI). V centru TOPTEC se používá interferometr Zygo - New View 7200.

2.7.1. WLI Technologie

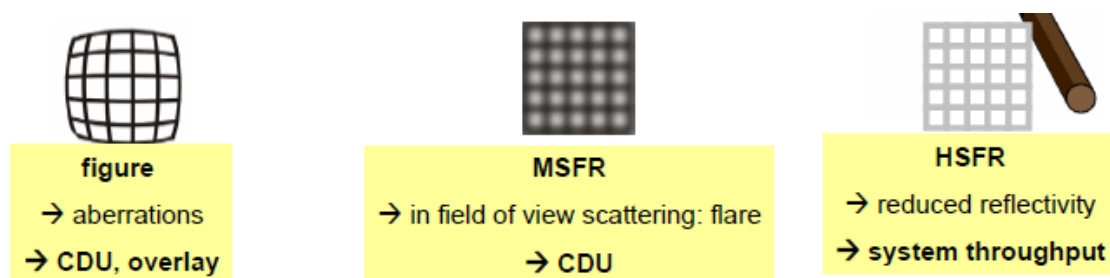
WLI technologie využívá interference v bílém světle. Příchozí světlo je na objektivu rozděleno, přičemž první část se odráží od povrchu vzorku a druhá část se odráží od přesné referenční plochy. Povrch je postupně skenován, přičemž vertikální

pohyb je zajištěn vysoce přesným piezoelektrickým prvkem. Během skenování je zaznamenáváno video, které následně převede intenzitu světla v daném bodě pomocí Fourierovy analýzy na výškový profil. Vertikální přesnost je v řádu desetin nanometrů, horizontální závisí na použitém objektivu. Interferometr v TOPTECu je vybaven třemi objektivy se zvětšením 5, 20 a 50.

Zvětšení	Zorné pole [mm x mm]	Pokrytí prost. vln. délek [μm]
5x	1.41 x 1.05	4.36 - 1395
20x	0.35 x 0.26	1.10 - 352
50x	0.14 x 0.11	0.44 - 141

Tabulka 1 – vlastnosti objektivů v přístroji WLI [6]

Na obrázku níže si můžeme ujasnit, co jaké prostorové frekvence na leštěném prvku ovlivňují. Vidíme, že nízké frekvence (tvar) deformují obraz, střední frekvence obraz rozmazávají a vysoké frekvence snižují průsvitnost povrchu, respektive reflektivitu.

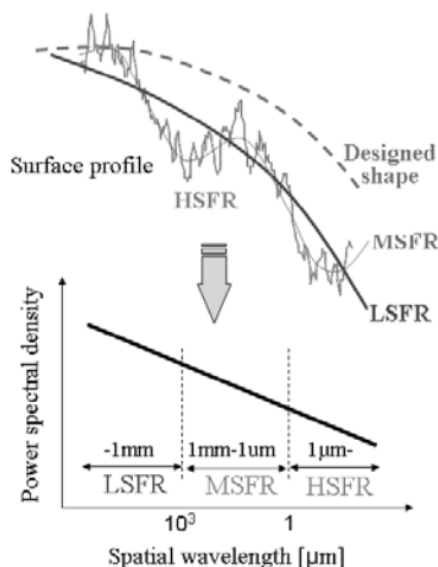


Obrázek 21 – příklad toho, co jaké prostorové frekvence ovlivňují [19]

2.7.2. **Filtrace dat**

Dříve než se začneme věnovat problematice filtrace dat, musíme vysvětlit pojem nízkých a vysokých frekvencí. Na obrázku níže vidíme hrubé rozdělení profilu na nízké, vysoké a střední frekvence. Potřebu filtrace jsme vysvětlili výše, nyní již musíme jen uvést, že pro potřeby této práce filtrujeme všechny frekvence do 100 μm (high pass), od 100 μm (low pass), a dále střední frekvence v rozmezí mezi 100 μm až 2 mm (band pass).

Hodnoty byly takto zvoleny, protože prostorové frekvence $100\text{ }\mu\text{m} - 2\text{ mm}$ jsou už obtížně korigovatelné sub-aperturními technologiemi (typicky takové struktury na ploše leštěné sub-aperturní technologií zůstávají), ale zároveň nevypovídají o mikrodrsnosti, za jejíž hranici se obvykle považuje $100\text{ }\mu\text{m}$.



Obrázek 22 – příklad významu prostorových frekvencí [19]

2.8 Měření tvaru

Tvar se měří ve zlomcích vlnové délky. Toto „znepřehlednění“ má ovšem řadu praktických výhod. Měření je totiž prováděno za pomoci buď kalibru, což je přesný optický výrobek a po přiložení vznikají interferenční obrazce a to černo-bílé nebo barevné, dle použitého zdroje světla. Interferenční proužky jsou od sebe vzdáleny výškově o polovinu vlnové délky, počet proužků tedy odpovídá výškovému reliéfu leštěného materiálu a můžeme si je představit jako vrstevnice na mapě. Již jen z tohoto příkladu je vidět, proč je vhodné tvar udávat ve zlomcích vlnové délky.

Dnes se však kalibr používá pouze pro orientační zhodnocení během leštícího procesu. Pro finální zhodnocení kvality tvaru je v TOPTECu používán především asférický interferometr ASI od firmy QED.



Obrázek 23 – nulovací optika modifikující vlnoplochu [6]

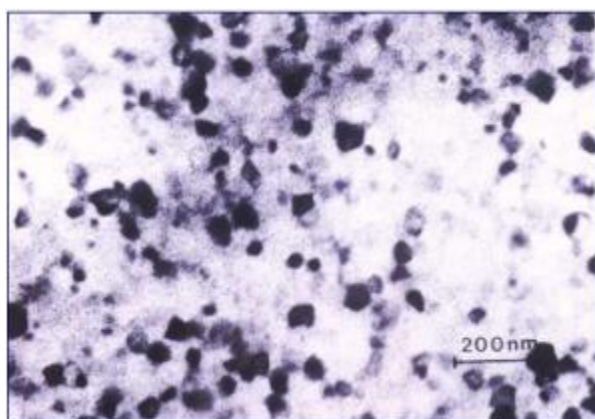
Jeho základní součásti jsou jak softwarového, tak fyzického charakteru. Do druhé kategorie spadá proměnná nulovací optika, která modifikuje vlnoplochu do tvaru podobného měřenému vzorku v daném místě a do softwarové skupiny spadá sub-aperturní skládání, které umožňuje plochu rozdělit na mnoho sub-apertur. Toto skládání zmenšuje výslednou chybu měření, jelikož je každý bod na vzorku obsažen minimálně ve dvou sub-aperturách, nicméně pro měření roviny se tyto sub-apertury použít nemusejí. Hlavními zdroji nejistot jsou fluktuace vzduchu, teplota, vibrace či usazování referenční sféry. Interferometr ASI v TOPTECu byl testován na přesnost $\lambda/40$.

3 Metodika a struktura experimentů

Experimenty byly strukturovány tak, aby za jejich pomoci bylo možné zjistit, jaká kombinace abrazivo-nástroj je funkční. To znamená, která kombinace vede ke zdokonalení drsnosti a její negativní vliv na tvar je malý či úplně zanedbatelný.

3.1 Předleštění a příprava vzorku

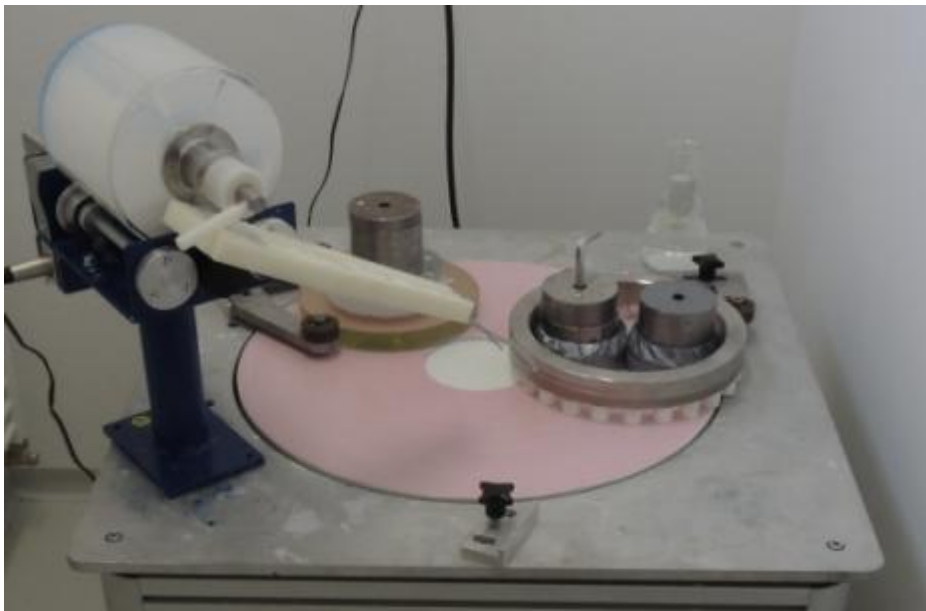
Jako leštěný materiál byla zvolena rovinná čočka ze „skla“ SITAL. Tento materiál je ruskou levnější obdobou materiálu ZERODUR, který se vyznačuje vysokou teplotní stálostí, která je pro kosmické aplikace naprosto klíčová. A byl za touto vlastností speciálně vyvinut. Jedná se o Li-Al-Si sklokeramický materiál, kde se objevují jak amorfní, tak krystalické fáze. Krystalická fáze zabírá 70 – 78%. [8]



Obrázek 24 – rozložení krystalické fáze – ZERODUR [8]

Přesné složení není z obchodních důvodů známé, ale koeficient tepelné roztažnosti je udáván 10^{-7} K^{-1} .

Použili jsme dva vzorky. Rovina o průměru 118 mm byla nejprve zbroušena na litinovém kotouči abrazivem SiC o zrnitosti částic F1000, dle normy FEPA. Takto zbroušená rovina byla umístěna na stroj ELAP k předleštění.



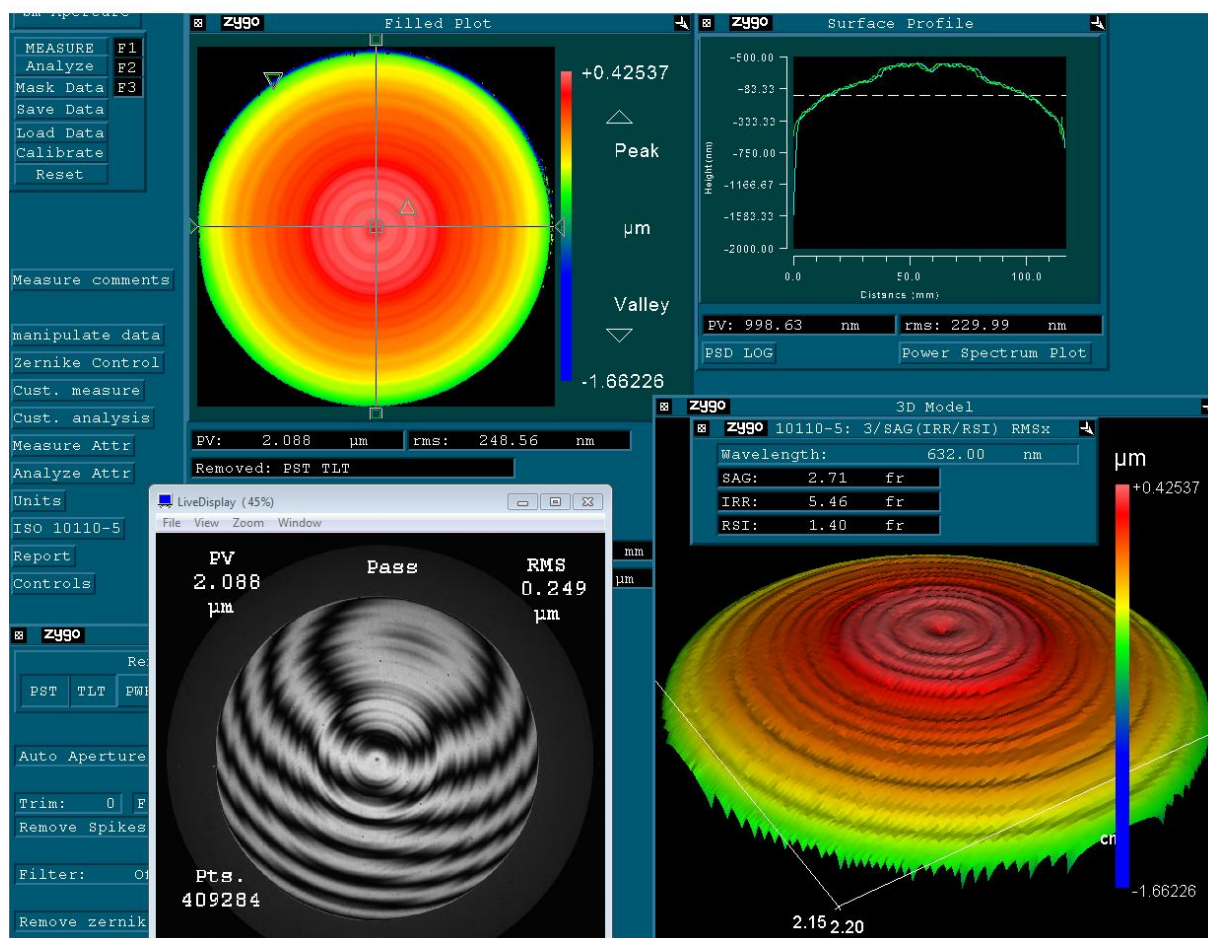
Obrázek 25 – námi používaný ELAP

Tento předlešťovací stroj byl upravován ještě během experimentů, jelikož původně nebyl použitý polyuretan nadrážkován. To vedlo k nežádoucí změně globálního tvaru vzorku během předleštění. Mezi experimenty 1 a 2 byl tedy nadrážkován, což vedlo k lepší kontrole nad globálním tvarem, ale též se začaly tvořit vlnky o velikosti cca 20 nm, které se při vyhodnocování daly odstranit vhodnou filtrací dat. Tento problém byl však následně odstraněn dostatečným „zajetím“ polyuretanu. To znamená leštěním „zajížděcích“ kusů skla, až byl povrch polyuretanu hladký.

8.3.2014 - NANO test #3 - PREDLESTENI

predlesteni na upravenem ELAP (200min + 40min na upravenem ELAP = drážky)

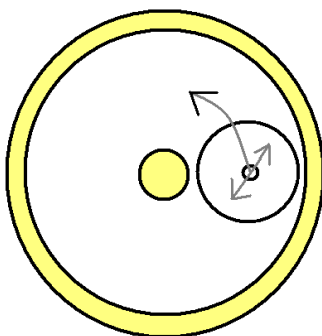
- vznik rotačne symetrických vln



Obrázek 26 – vzniklé rotačne symetrické vlnky

3.2 Definice experimentů

Byl vyroben nástroj hrnkového tvaru či malého průměru tak, aby byl nástroj použitelný i pro výrobu asfér, což je cíl projektu METIS. Tento nástroj s různými podložkami vylešťoval na materiálu drážku, nicméně drobný kyv byl zachován, aby se předešlo vzniku symetrických nerovností.

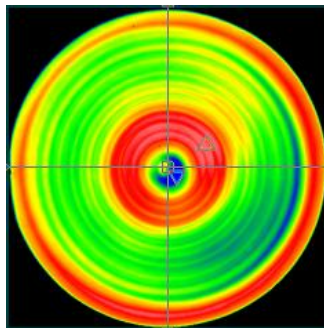


Obrázek 27 – náčrtek námi navržené kinematiky leštění

Tato kinematika byla zvolena z důvodu snadného vyhodnocení změny drsnosti. Při klasickém celoplošném leštění by takový nástroj postrádal smysl.

Následně byly testovány různé kombinace nástrojů a leštiv. V prvním testu jsme zkoumali teflonové nástroje, v druhém testu jsme zkoumaly vlákenné leštící podložky, dále smolu a na závěr jsme v testu 4 zkoušeli leštění ledem. Jako abraziva jsme zvolili Cerox 1670, který se používá pro CNC leštění. Opaline, který je používán pro leštění klasických ultrapřesných povrchů. Dále byl zkoušen oxid hlinitý a v neposlední řadě také koloidní roztok vzniklý usazením klasického ceroxu.

Vyhodnocení bylo následně snadné, jelikož byla sledována změna drsnosti v leštěné drážce a pro kontrolu byla výsledná drsnost porovnána také s drsností na neleštěném okraji



Obrázek 28 – viditelně vyleštěná drážka

4 Experimentální část

Při každém testu byla sledována rychlost otáček, přítlačný tlak, tedy přiložená zátěž, a u smoly teplota, pokud byla k přikapávání leštiva použita pumpa, tak rychlost přikapávání. Jinak byl roztok abraziva nanášen ručně. Po každém kroku experimentu bylo provedeno měření tvaru na ASI a posléze měření drsnosti na WLI. Měření drsnosti probíhalo systematicky od neleštěného okraje leštěné roviny, bod A, vždy po 10 mm přes střed až k bodu G. Měřilo se tedy vždy až přes neleštěný střed (body F a G). Výsledky naměřených drsností z bodů uvnitř drážky byly zprůměrovány. Níže uvádím příklad měření.

Zaznamenávány byly hodnoty drsnosti (S_q , R_q) a hodnota PV, což je údaj o výškovém rozdílu nejvyššího a nejnižšího bodu, který v sobě nese informaci o výskytu lokálních kosmetických defektů.

		koloidní roztok + smola, t1=13h								
		A			B			C		
		PV [nm]	S_q [nm]	R_q [nm]	PV [nm]	S_q [nm]	R_q [nm]	PV [nm]	S_q [nm]	R_q [nm]
5x	Bez filtru	30,128	3,722	1,318	15,682	0,603	0,56	10,15	0,539	0,459
	Low pass	17,743	3,558	0,486	2,809	0,478	0,527	2,113	0,435	0,33
	High pass	27,536	0,955	0,959	15,099	0,321	0,269	10,559	0,279	0,263
	Band pass	9,089	1,053	0,499	2,018	0,316	0,237	2,496	0,377	0,363

koloidní roztok + smola, t1=13h											
D			E			F			G		
PV [nm]	S_q [nm]	R_q [nm]	PV [nm]	S_q [nm]	R_q [nm]	PV [nm]	S_q [nm]	R_q [nm]	PV [nm]	S_q [nm]	R_q [nm]
6,471	0,706	0,366	9,889	0,4	0,295	5,723	0,538	0,478	12,185	0,564	0,483
4,314	0,634	0,199	1,809	0,25	0,275	2,296	0,447	0,338	2,322	0,448	0,365
5,349	0,28	0,29	9,472	0,278	0,255	4,984	0,264	0,263	11,315	0,299	0,303
2,401	0,278	0,167	2,027	0,231	0,121	2,192	0,371	0,29	3,122	0,405	0,281

Data, která jsou zvýrazněna, se zprůměrovala a mohla být dále zpracována. Následně je tedy ani nebudeme uvádět.

4.1 Předleštění

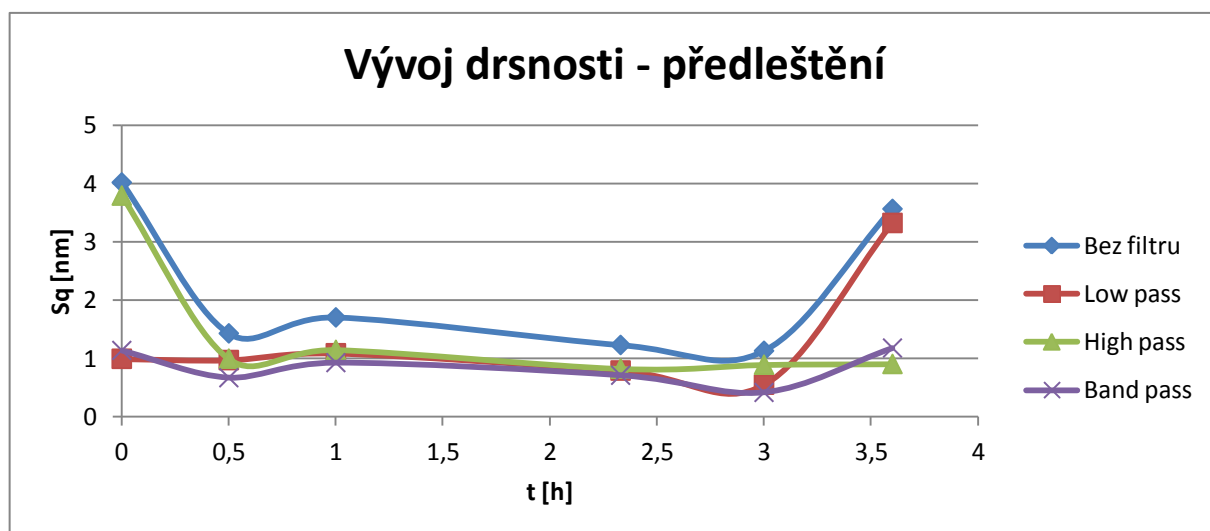
Předleštění probíhalo na stroji ELAP, tedy na polyuretanovém kotouči. Jako abrazivní suspenze byl použitý roztok ceroxu 1670 o koncentraci mezi 3 a 5 %.

Byl sledován vývoj drsnosti až k saturaci, tedy k situaci, kdy se již drsnost dále nezlepšovala. Bylo zjištěno, že výsledná mikrodrsnost osciluje kolem 1 nm.

		Předleštění					
		0	30 min	60 min	140 min	200 min	40 min drážky
5x	Bez filtru	4,017	1,43	1,704	1,231	1,131	3,564
	Low pass	0,994	0,972	1,089	0,793	0,551	3,323
	High pass	3,793	0,997	1,148	0,825	0,893	0,906
	Band pass	1,138	0,67	0,928	0,711	0,417	1,179

Tabulka 3 – vývoj drsnosti při předleštění

Po nadrážkování polyuretanu docházelo ke vzniku vln na povrchu, které se projeví zhoršováním v Low pass, proto musíme sledovat především hodnotu mikrodrsnosti (high pass), jelikož ostatní hodnoty jsou zatíženy vlivem vlnek vzniklých při předleštění, viz graf níže. Níže uveden vývoj mikrodrsnosti během testu kdy došlo k nadrážkování polyuretanu, to znamená po 3h



Obrázek 29 – vývoj drsnosti při předleštění

4.2 Testy s PTFE nástroji

S teflonovými nástroji byly provedeny dva testy. První byl test, kde byl použit nástroj kruhového tvaru s poloměrem 2 cm a jako leštivo byla použita vodní suspenze nano Al_2O_3 o koncentraci 0,12% okyselena kapkou HCl .



Obrázek 30 – nástroj se smolou (vlevo) a PTFE nástroj s podložkou (vpravo)

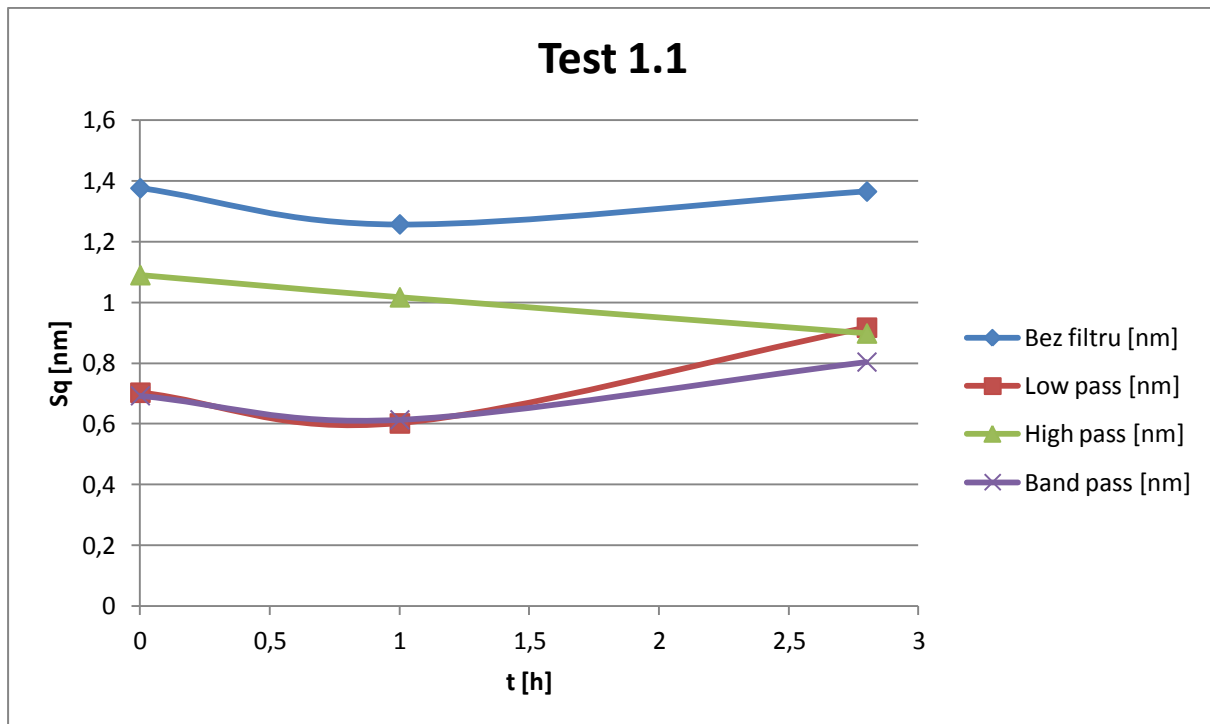
Druhý test byl proveden se zajetým hrnkovým nástrojem a jako abrazivum byl použit opaline o koncentraci 2,38 %. Roviny se otáčely rychlostí 17ot/min.

a. Test 1.1

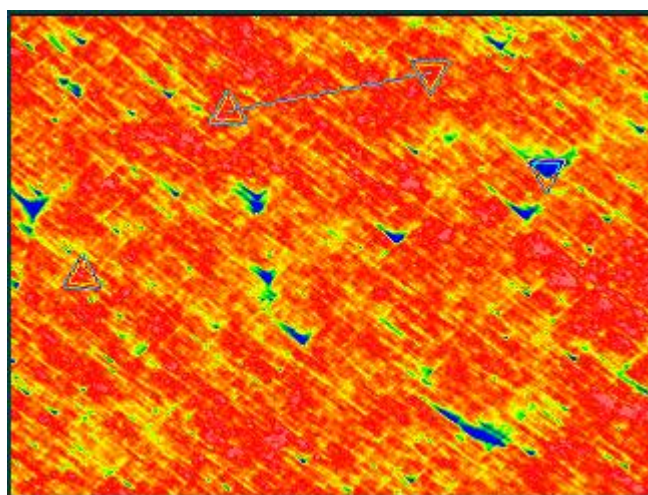
Použit nástroj kruhového tvaru s malým poloměrem a jako leštivo byla použita vodní suspenze nano Al_2O_3 o koncentraci 0,12% okyselena kapkou HCl. Otáčky byly nastaveny na hodnotu 17 ot/min. Vzniká tlak 29 milibarů.

Test 1.1 – vývoj průměrné drsnosti v místě drážky během leštění			
	Předleštění	1h leštění	2h 50 min. leštění
Bez filtru [nm]	1,376	1,257	1,365
Low pass [nm]	0,703	0,602	0,917
High pass [nm]	1,09	1,017	0,898
Band pass [nm]	0,693	0,614	0,804

Dle dat a níže uvedeného grafu vidíme, že tato kombinace ke zlepšení drsnosti nevede, zato pozorujeme značné zhoršování v oblasti nižších frekvencí, tedy tvaru, což je zapříčiněno vytrháváním materiálu.



Obrázek 31 – vývoj změn drsnosti



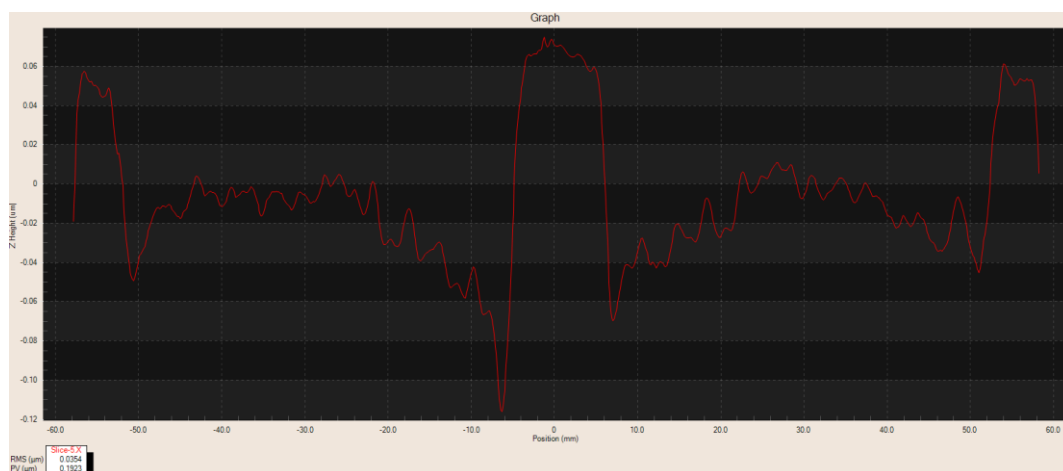
Obrázek 32 – oblasti s vytrhaným materiálem

b. Test 1.2

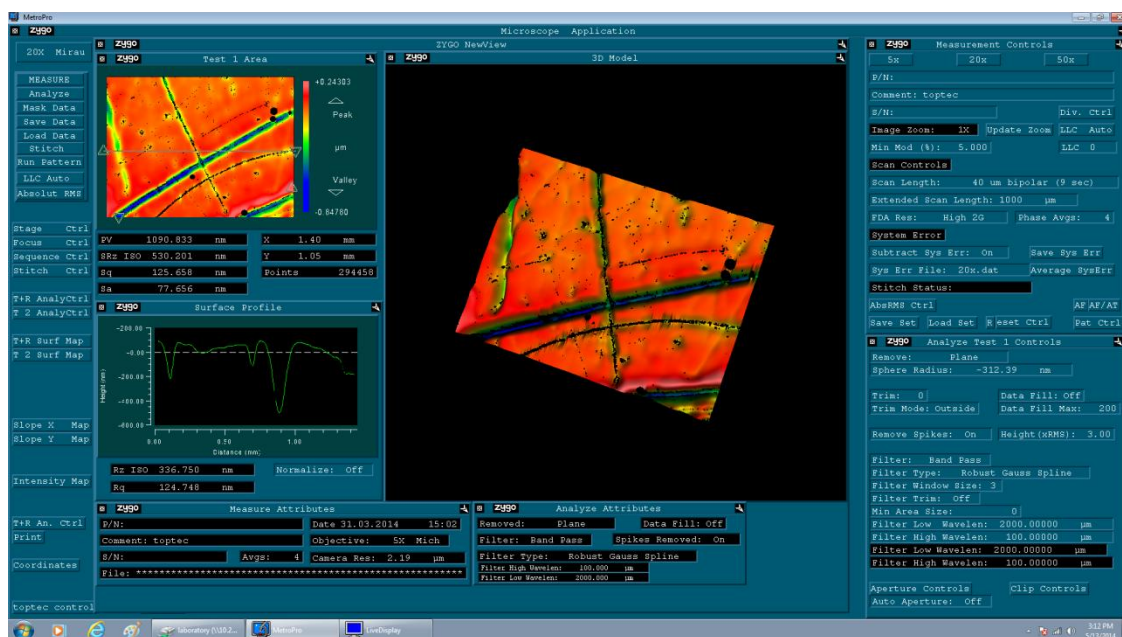
Druhý test byl proveden zajetým hrnkovým nástrojem a jako abrazivum byl použit opaline o koncentraci 2,38 %. Roviny se otáčely rychlostí 170t/min. Přítlak činil 20 milibarů.

test 1.2 – PTFE + opaline		
	Předleštění	1,5h leštění
Bez filtru [nm]	2,638	2,031
Low pass [nm]	2,424	1,763
High pass [nm]	0,741	0,834
Band pass [nm]	1,284	0,86

Z výsledku tohoto testu vidíme, že PTFE a opaline sice mění tvar, tedy odleštuje drážku a zlepšuje drsnost ve středních frekvencích, ale nikoliv mikrodrsnost. Zároveň vede k ničení PTFE nástroje. Dále jsme na ASI pozorovali odleštění cca 100 nm hluboké drážky.



Obrázek 33 – odleštěná drážka



Obrázek 34 – vzniklé rýhy v PTFE nástroji

4.3 Testy s vláknennou podložkou

S vláknennou podložkou bylo provedeno celkem 6 testů. Nejprve byl vyzkoušen roztok koloidní Al_2O_3 , který vznikla naředěním mateřského roztoku 1:1 s DEMI vodou. Na nástroj působila váha 972,3 g, včetně váhy nástroje (test 1), následně klasický Cerox 1670 o koncentraci 4,85% a při 14 ot/min. Při testu 2 byl nástroj zatížen pouze vlastní vahou, 87,3g (test 2). Dále jsme testovali podložku s opalinem, opět bez zatížení, ale při 22 ot/min (test 3). A poté koloidní roztok sedimentovaného ceroxu, opět bez zatížení a při otáčkách 12ot/min, které byly po první hodině zvýšeny na 18 ot/min. (test 4.a) Test probíhal jak klasickým nanášením, tak metodou bowl field (test 4.b). Jedná se o metodu leštění, která se liší tím, že abrazivní suspenze není nanášena, ale je přidána už na začátku a stěnami ne zabráněno jejímu odtoku. Otáčky a zátěž zůstaly stejné jako při předchozím testu. Na závěr bylo leštěno mateřským, rozmíchaným roztokem. Tedy roztokem, ze kterého vznikl koloid (test 4.c). Otáčky i zátěž zůstaly zachovány.

a. Test 2.1

Nejprve byl vyzkoušen roztok koloidní Al_2O_3 , která vznikla naředěním mateřského roztoku 1:1 s DEMI vodou. Na nástroj působila váha 972,3 g, včetně váhy nástroje, přítlak je tedy roven 280 milibarů. Otáčky byly nastaveny na hodnotu 16 ot/min.

test 2.1 – ALUPOL + Al_2O_3		
	Předleštění	2,5h leštění
Bez filtru [nm]	1,675	3,076
Low pass [nm]	0,793	1,057
High pass [nm]	1,362	2,622
Band pass [nm]	0,778	1,614

Vidíme, že tato kombinace ke zlepšení nevede, nicméně je pozorovatelný drobný, ale viditelný úbytek materiálu.

b. Test 2.2

Následně jsme testovali podložku ALUPOL s klasickým Ceroxem 1670 o koncentraci 4,85% a při 14 ot/min. Nástroj byl zatížen pouze vlastní vahou 87,3 g, což odpovídá tlaku 25 milibarů.

Vývoj leštění, test 2.2			
	Předleštění	1h leštění	3,5h leštění
Bez filtru [nm]	2,465	2,616	2,963
Low pass [nm]	2,257	2,35	N/A
High pass [nm]	0,773	0,848	0,852
Band pass [nm]	1,276	1,067	0,773

Není pozorována žádná změna drsnosti, což jsme předpokládali, jelikož stejný abrazivní materiál byl použit i pro předleštění.

c. Test 2.3

Dále jsme testovali podložku s opalinem, opět bez zatížení, ale při 22 ot/min. Přítlačná síla je tedy opět 25 milibarů.

test 2.3 – ALUPOL + opaline		
	Předleštění	2,5h leštění
Bez filtru [nm]	2,602	2,728
Low pass [nm]	2,35	2,52
High pass [nm]	0,866	0,781
Band pass [nm]	0,773	1,212

Vidíme, že tato kombinace ke zlepšení nevede, nicméně je pozorovatelný úbytek materiálu. Vidíme úběr cca 100 nm \pm 50%.

d. Test 2.4

Poté byla podložka ALUPOL testována společně s koloidním roztokem sedimentovaného ceroxu, opět bez zatížení a při otáčkách 12 ot/min, které byly po

první hodině zvýšeny na 18 ot/min. Koloid byl nanášen ručně a přítlak činil 25 milibarů.

Následně bylo v testu pokračováno metodou bowl field, což znamená, že je kolem roviny miska. Abrazivní suspenze se nepřikapává. Nástroj jede ve vrstvě leštiva a pozorujeme sedimentaci na okraji, což vede k samovolnému snižování koncentrace leštiva.

A následně se koloid nahradil opět ceroxem, abychom viděli nárůst drsnosti.

test 2.4a – ALUPOL koloid ceroxu			
	Předleštění	1h leštění	2h leštění
Bez filtru [nm]	2,114	2,955	1,865
Low pass [nm]	2,081	2,729	1,552
High pass [nm]	1,023	1,047	0,941
Band pass [nm]	0,584	0,668	0,661

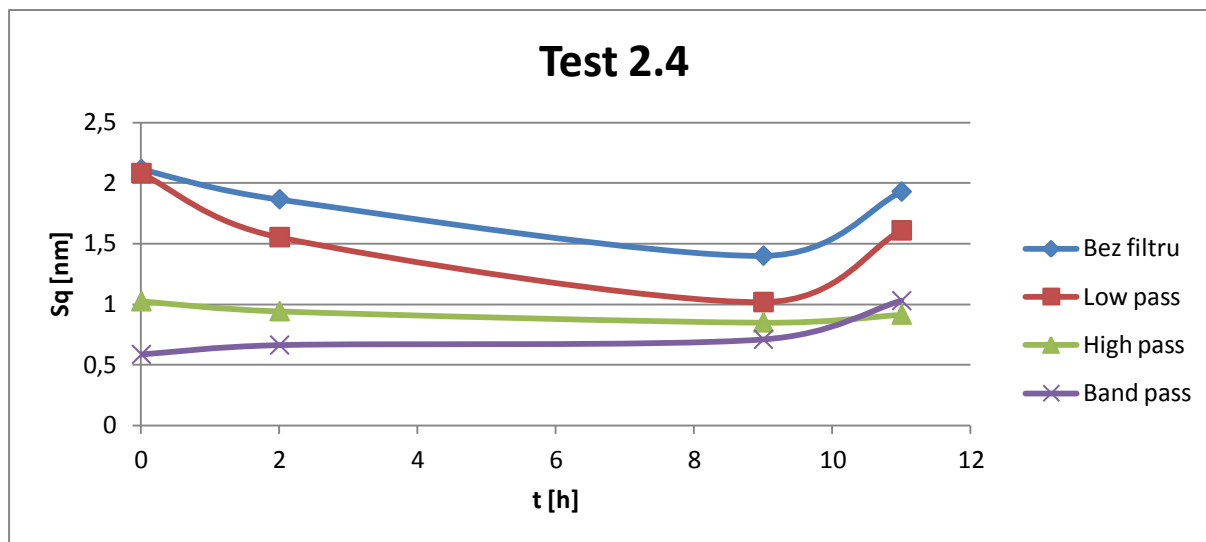
Nyní byla změněna metoda leštění.

test 2.4b – ALUPOL koloid ceroxu Bowl field		
	Předleštění	7h leštění
Bez filtru [nm]	1,865	1,399
Low pass [nm]	1,552	1,016
High pass [nm]	0,941	0,849
Band pass [nm]	0,661	0,708

Nyní byl koloid nahrazen ceroxem 1670.

test 2.4c – ALUPOL + cerox		
	Předleštění	2h leštění
Bez filtru [nm]	1,399	1,928
Low pass [nm]	1,016	1,608
High pass [nm]	0,849	0,913
Band pass [nm]	0,708	1,028

Tato kombinace se opět ukázala jako nevhodná pro další testování, jelikož změna drsnosti je na hranici pozorovatelnosti. Dále byl pozorovatelný vznik drážky o velikosti cca 50 nm. Na grafu vidíme vývoj drsnosti během testu s koloidním roztokem a následně s ceroxem.



Obrázek 35 – vývoj drsnosti při testu ALUPOL + koloid a následně cerox

e. Zhodnocení testů s vlákenou podložkou ALUPOL plus

Z testů s vlákenou podložkou je patrné, že ani jeden případ není vhodný pro další testování, jelikož test s klasickým ceroxem vedl k podobné kvalitě jako předleštění, koloidní Al_2O_3 vedlo ke značnému zhoršení, což jsme usuzovali již dle cukání nástroje, což je charakteristické pro vytrhávání materiálu a jeho nerovnoměrný úběr.

Test s koloidním roztokem ceroxu vedl sice ke zlepšení tvaru, ale zlepšení drsnosti bylo nepatrné a mohlo se jednat o chybu. Musíme říci, že usuzovat na zlepšení o 0,1nm po třech měřeních by bylo zavádějící. Na grafu níže můžeme vidět změnu drsnosti během celého testu koloid-podložka.

4.4 Testy se smolou

Smola byla testována zatím pouze s koloidním roztokem sedimentovaného ceroxu. Smolný nástroj byl připraven tak, že na nástroj byly naneseny pouze smolné „bobky“, abychom zajistili, že by tento způsob leštění byl převeditelný na CNC. Byl

zajet pouze krátce a k zajiždění docházelo de facto až při každém testu, jelikož smola přes noc vždy změnila lehce tvar.

a. Test 3.1

Nástroj byl zatížen pouze svou vahou, tedy 61 g, což odpovídá přítlaku 19 milibarů. Teplota se pohybovala od 23,1 °C do 23,9 °C. Rychlost otáček byla prvních 80 minut 14 ot/min, další hodinu a 10 min 11 ot/min a od 4h a 45 min byla rychlost ustálena na 7,5 ot/min. A koloidní roztok byl nanášen ručně.

test 3a – smola + koloid ceroxu					
	Předleštění	80 min.leštění	2,5h leštění	4,75h leštění	13h leštění
Bez filtru [nm]	1,226	0,708	0,59	0,583	0,528
Low pass [nm]	0,77	0,48	0,337	0,38	0,417
High pass [nm]	0,941	0,484	0,383	0,382	0,291
Band pass [nm]	0,549	0,47	0,341	0,372	0,256

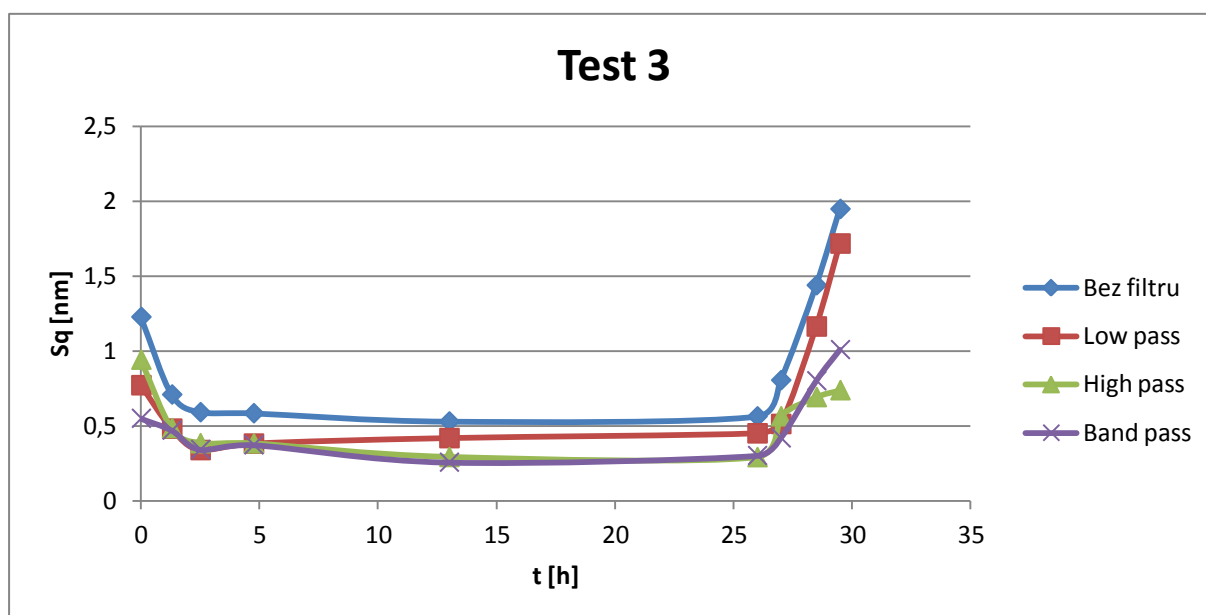
Metoda byla změněna na metodu bowl field.

test 3b – smola + koloid ceroxu, bowl field		
	Předleštění	13h leštění
Bez filtru [nm]	0,528	0,562
Low pass [nm]	0,417	0,449
High pass [nm]	0,291	0,29
Band pass [nm]	0,256	0,301

Koloidní roztok ceroxu byl nahrazen ceroxem, abychom sledovali opětovné zhoršení drsnosti.

test 3c – smola + rozmíchaný cerox				
	Předleštění	1h leštění	2,5h leštění	3,5h leštění
Bez filtru [nm]	0,562	0,804	1,438	1,947
Low pass [nm]	0,449	0,511	1,162	1,716
High pass [nm]	0,29	0,563	0,691	0,737
Band pass [nm]	0,301	0,418	0,8	1,008

Z tohoto testu vidíme na první pohled, že smola v kombinaci s koloidním roztokem ceroxu je cesta správným směrem, jelikož došlo k poměrně rychlému zlepšení drsnosti (S_q =až 0,2 nm) i tvaru. Dále vidíme, že mikrodrsnost (high pass) má tendenci stále klesat a je tedy potenciál k dalšímu možnému zdokonalení nástroje. Na grafu níže můžeme pozorovat výše popsanou situaci. Mějme ovšem na paměti, že se jedná o všechny experimenty se smolou v jednom grafu.

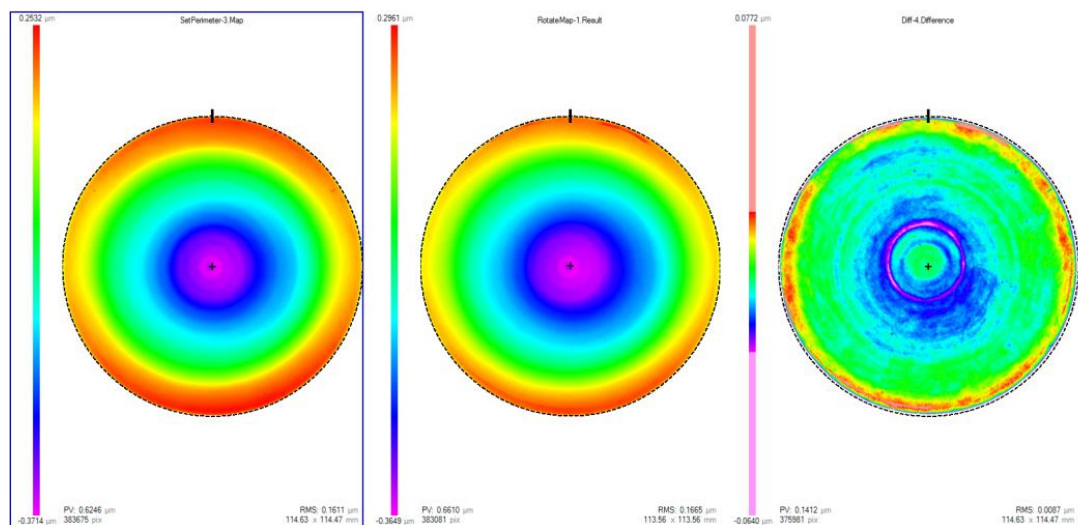


Obrázek 36 – Vývoj drsnosti při kombinaci smola – koloid – cerox

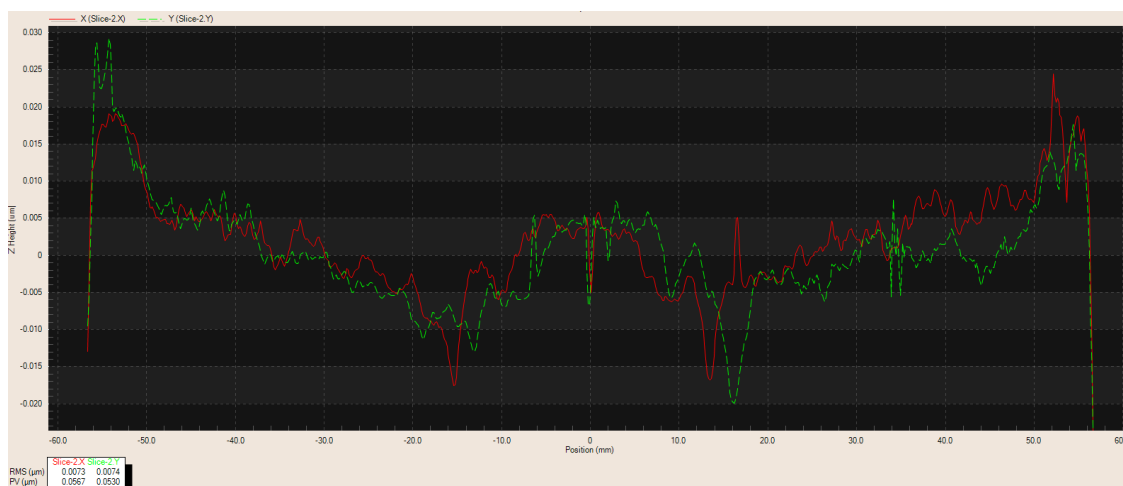
Dále uvádíme snímek, kde je jasně patrný kvalitativní rozdíl v drsnosti materiálu leštěném smola-koloid. Na grafu si povšimněme několika časových údajů. Nejprve 13. hodiny, kdy se přešlo na metodu bowl field. Následně pak 26. hodiny, kdy byl koloid nahrazen ceroxem a my sledujeme zhoršení.

Na ASI jsme zjistili, že úběr materiálu je sporný, ale rozhodně nižší, než 50 nm. Viz níže, kde vidíme odečtenou rovinu před leštěním a po 4,5h leštění

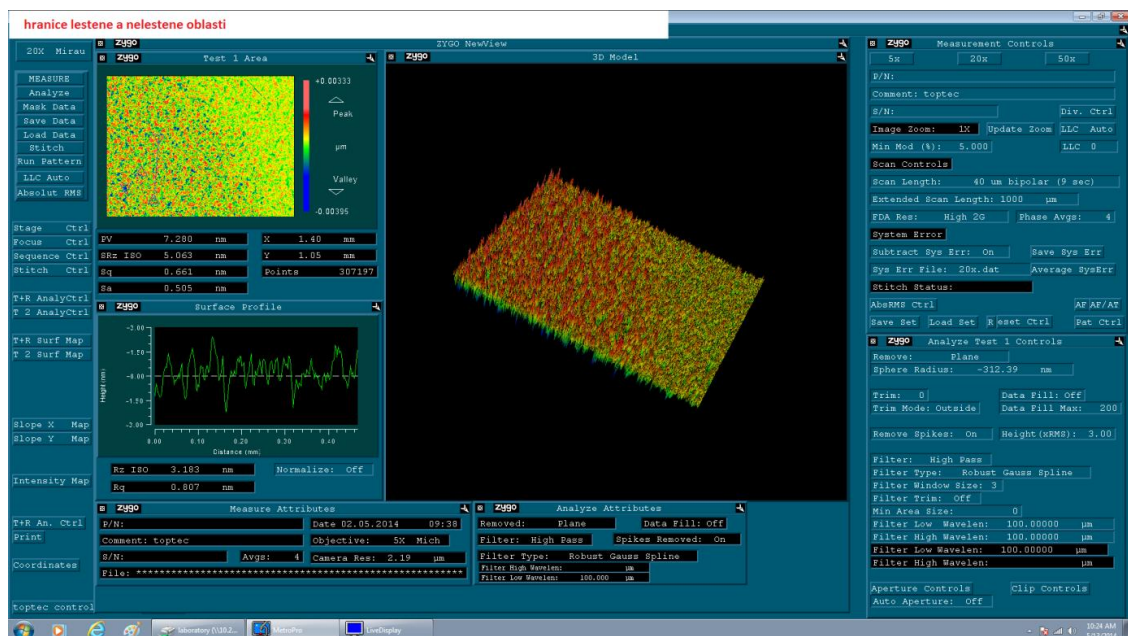
koloidním roztokem, dále vzniklou drážku a v neposlední řadě zlom leštěné a neleštěné plochy.



Obrázek 37 – tvar vzorku před leštěním (vlevo), po 4,5 h leštění koloidem (uprostřed) a jejich rozdíl (střed)



Obrázek 38 – výškový profil vyleštěné drážky



Obrázek 39 – zlom leštěné a neleštěné plochy

4.5 Test s ledem

Tento čistě experimentální test je založen na chemické hypotéze leštění, kdy předpokládáme narušování skla vodou. Test je bohužel náročný na provedení, jelikož rychle odtává a ledový nástroj se tedy musí během experimentu měnit. Pravděpodobným řešením by bylo test provádět za snížených teplot.

Ledový nástroj byl zatížen vahou 5 kg, což vede k přtlaku 255 milibarů a otáčky byly nastaveny na 43 ot/min.

test 4 - leštění ledem			
	Předleštění	20 min. leštění	80 min. leštění
Bez filtru [nm]	1,708	1,647	1,467
Low pass [nm]	1,335	1,259	1,174
High pass [nm]	0,901	0,939	0,856
Band pass [nm]	1,015	0,606	0,672

Z testu vidíme mírné, ale prokazatelné zlepšení všech sledovaných veličin. Zároveň není pozorována žádná změna tvaru. Bohužel, jak bylo zmíněno výše, je

tento způsob leštění náročný na vybavení i obsluhu a zlepšení není tak výrazné, aby bylo lákavé pro další testy.

4.6 Výsledky dosažené klasickým leštěním

Pro porovnání uvádíme změřené klasicky vyleštěné materiály. Tyto materiály byly leštěny též v ústavu TOPTEC.

Sital + růž - dosažené hodnoty	
Bez filtru	0,848
Low pass	0,585
High pass	0,611
Band pass	0,587

Sital + koloid - dosažené hodnoty	
Bez filtru	0,536
Low pass	0,397
High pass	0,326
Band pass	0,261

Sital + PU - dosažené hodnoty	
Bez filtru	1,825
Low pass	1,058
High pass	1,297
Band pass	0,969

Z výše uvedených údajů je patrné, že koloid prokazatelně už po jediné hodině funguje i při klasickém leštění a sfér s požadovanou drsností tedy není problém dosáhnout.

Dále vidíme, že leštěním na PU bylo dosaženo obdobných výsledků jako v případě našeho předleštění. To dokazuje, že výsledky našich testů do značné míry korespondují s výsledky dosaženými klasickými metodami.

5 Vyhodnocení experimentů a analýza leštiv

Z výše uvedených experimentů vidíme, že Al_2O_3 není při této konfiguraci vhodné, obzvláště s teflonovým nástrojem. Dochází k špatnému pohybu nástroje, jeho ničení, viz snímek se škrábami na nástroji níže, a k vytrhávání materiálu.

Klasický cerox se projevil dle očekávání také jako nevhodný se všemi testovanými nástroji, jelikož námi požadované drsnosti nedosahuje ani při klasickém leštění. Zjistili jsme, že při leštění ceroxem dosahujeme obdobné drsnosti jako při předleštění. Další nevýhodou ceroxu je jeho sedimentace na rovinné ploše, což vede ke zhoršování procesu.

Jiný případ vidíme při leštění koloidním roztokem, který vznikl sedimentací ceroxu. Ovšem pouze se smolným nástrojem, nikoliv s podložkou ALUPOL. Tento fakt si vysvětlujeme tím, že visko-elastické vlastnosti smoly dovolují podložce přizpůsobit se tvaru povrchu i lokálně. Můžeme dále spekulovat o tom, že větší částice se zaboří více než menší, což vede k rovnoměrnému leštění.

Následně byla provedena granulometrie námi používaného abrazivního roztoku a roztoku, jehož sedimentací vznikl. Tato granulometrie byla provedena ve firmě Polpur s.r.o. na přístroji Cilas 1090L. Tento přístroj měří velikost částí na základě rozptylu laserového světla procházející přes vzorek, který může být jak v kapalné, tak v práškové formě. Výrobce udává, že přístroj zvládá měřit částice v rozmezí $0,04 - 500 \mu\text{m}$ [9].

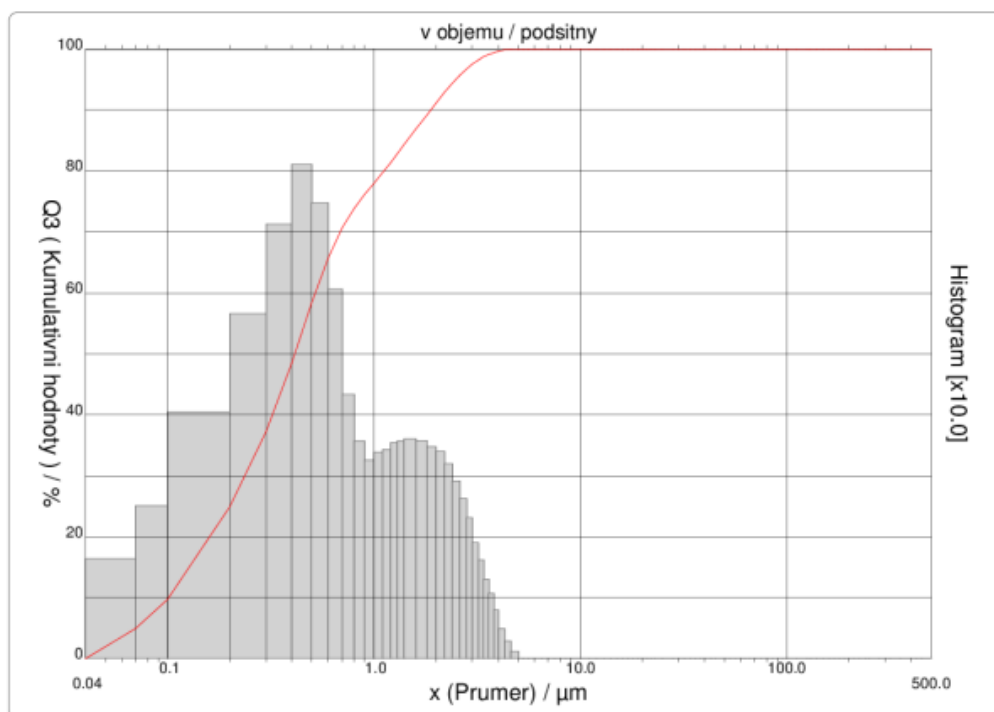
Opaline se projevoval podobně jako cerox. To znamená, že nebyly pozorovány žádné změny, nebo změny vedoucí k horší drsnosti. Bohužel do doby odevzdání nebyly zatím provedeny testy smola-opaline, smola-nano Al_2O_3 .

5.1 Smola a koloid

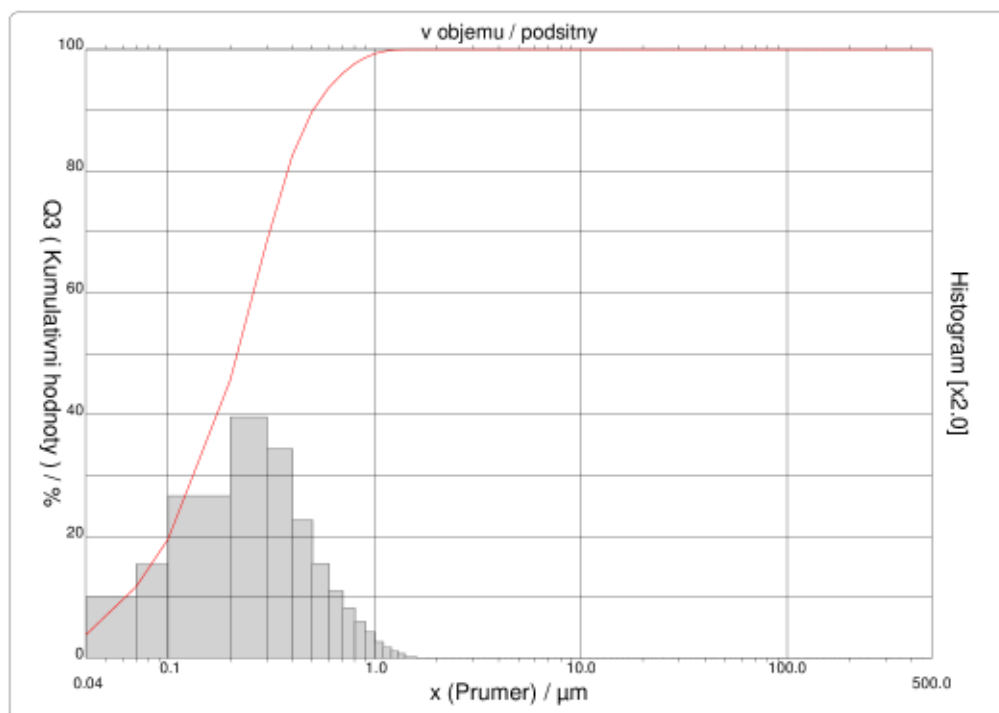
Tato kombinace si zaslouží vlastní kapitolu, jelikož jsme prokazatelně dokázali, že je vysoce perspektivní, co se týče úpravy drsnosti asférických součástí. Jelikož koloid vznikl sedimentací po dobu 3 týdny, tak jsme provedli výše zmíněnou granulometrii jak koloidu, tak zmíněného mateřského ceroxu, viz níže.

Jako první uvádíme cerox. Na jeho granulometrické křivce vidíme značný podíl agregujících částic, jedná se o druhý „hrb“ na distribuční křivce. Nicméně z výsledků je naprosto patrné, že sedimentací byly odfiltrovány všechny větší částice a agregáty. Z testu vyplývá střední velikost částic 0,22 μm , což je poloviční údaj oproti mateřskému roztoku. Ale dle obsluhy přístroje Cital 1090L je patrné pouze, že koloid obsahuje mnohem menší částice, než cerox, bohužel přesnému číslu se při rozměrech pod 1 mikron nedá příliš věřit.

V současné době probíhá test této kombinace na leštění asférického povrchu, což je další logický krok před návrhem a vylepšováním samotného nástroje.



Obrázek 40 – granulometrie cerox, ze kterého vznikl koloid



Obrázek 41 – granulometrie koloidního ceroxu

6 Závěr

V teoretické části jsem se seznámil s problematikou leštění ultrapřesných optických součástí, včetně asférických tvarů a pokusil jsem se tento proces stručně, ale uceleně sepsat. Věnoval jsem se problematice klasických abraziv a jejich modifikací. Dále jsem se věnoval problematice leštících nástrojů. Od klasických smolných, přes polyuretanové až po moderní teflonové a měkké podložky, včetně nanovlákených. V souvislosti s nimi jsem se seznámil s problematikou zabudování nanoabraziv do nanovláken.

Dále jsem porozuměl principu a naučil jsem se používat měřicí přístroje, které jsou potřebné k vyhodnocování kvality povrchu leštěných materiálů a následné úpravě leštícího procesu. Mezi tyto přístroje spadá především asférický interferometr ASI od firmy QED sloužící k měření tvaru a interferometr v bílém světle Zygo - New View 7200 sloužící k měření drsnosti.

V praktické části mé práce jsem se podílel na selekci nástrojů a abraziv, které by byly použitelné pro leštění ultra-precizních asférických povrchů, přesněji zlepšení jejich drsnosti a ne moc velkému zhoršení jejich tvaru. Tato selekce se systematicky věnovala teflonovým a smolným nástrojům a moderním podložkám. Tyto podložky se ukázali jako nevhodné, stejně jako teflonové nástroje.

Podařilo se identifikovat slibnou technologii leštění dosahující drsnosti v řádu jednotek desetin nanometrů a vyhovující specifikaci METIS. Technologie využívá koloidu CEROXu v kombinaci s visko-elastickou podložkou (smolou), zejména při technologii bowl feed. Ta umožnila dosáhnout v řádu několika hodin požadované drsnosti a zároveň došlo k minimálnímu odleštění materiálu. Je tedy na místě předpoklad, že tato metoda zlepší drsnost, ale nebude měnit tvar. K přípravě koloidu byla využita empirická znalost leštičů z ústavu TOPTEC: „nabírat jen zředěnou vodičku shora nádoby s leštící směsí“. Tato empirická poučka byla systematicky zkoumána a podařilo se identifikovat, že při sedimentaci leštiva dochází ke zmenšování střední velikosti částic, respektive k zúžení distribuce velikostí. To je

způsobeno sedimentací především těžších částic. Jde tak o první systematické potvrzení empirické zkušenosti. Technologie byla zkoumána na typu nástroje, který přislubuje použitelnost pro sup-aperturní leštění asférických tvarů.

Dále byla vyhodnocena drsnost dosahovaná standardním postupem leštění pracovníků TOPTEC. Naměřené hodnoty a výsledky byly obdobné s výsledky našich testů.

V současné době se v testech stále pokračuje a v době odevzdání této práce probíhá test leštících vlastností na asférickém povrchu.

Literatura

[1] PROVAZNÍKOVÁ, Pavlína, Miroslav KUBÍK a Stanislav MICHAL. Leštění optických dílů s vysokou přesností tvarů a jemností ploch. 2012, [odborná zpráva] 82 s.

[2] LANDIS, Alan Claude. FACTORS INFLUENCING MATERIAL REMOVAL AND SURFACE FINISH OF THE POLISHING OF SILICA GLASSES. Charlotte, 2006. Diplomová práce. The University of North Carolina at Charlotte.

[3] CUMBO, Michael John. Chemo-Mechanical Interactions in Optical Polishing. New York, 1993. Disertační práce. University of Rochester.

[4] Product range Polishing pads. Microdiamant [online]. [2012]
[cit.2014-05-08].Dostupné z:
http://www.microdiamant.com/fileadmin/downloads/Dokumenty/Datasheets_E/Product_range_polishing_pads_E_01.03.pdf

[5] DESAI, Jainil. Advances and Processes in Precision Glass Polishing Techniques. Florida, 2009. Diplomová práce. University of Florida. Vedoucí práce Hitomi Yamaguchi Greenslet.

[6] ŠULC, Miroslav. ÚSTAV FYZIKY PLAZMATU AV ČR, v.v.i. Odborná zpráva o postupu prací a dosažených výsledcích za rok 2013: Příloha k průběžné zprávě za rok 2013. 2014, 31 s.

[7] MICHAL, Stanislav. MEOPTA - OPTIKA, s.r.o. Odborná zpráva o postupu prací a dosažených výsledcích za rok 2013: Příloha k průběžné zprávě za rok 2013. 2014, 55 s.

[8] HARTMANN, Peter. SCHOTT AG. SCHOTT – Ultra low expansion glass ceramic ZERODUR: Improvements in properties, understanding and production. 2014.

- [9] Cilas 1090 Particle size analyzer. Cilas [online]. [2012] [cit. 2014-05-14]. Dostupné z: http://www.particle-size.com/cilas_1090_particle.htm
- [10] POLPUR S.R.O. Střední a jemné opracování optických elementů před procesem leštění. [odborná zpráva] Turnov.
- [11] EVANS, C.J., E. PAUL a D. DORNFELD. Material Removal Mechanisms in Lapping and Polishing. Middlefield. Zygo Corporation
- [12] Žemlička J. editor, Kurz o opracování krystalů a křehkých materiálů, Dům techniky ČSVTS, Ústí nad Labem
- [13] Varga Zdeněk, Technologie broušení rovinných ploch syntetických monokrystalů, Liberec, 2007, 83 s. Diplomová práce,
- [14] Lee, H.S. et al. Hybrid polishing mechanism of single crystal SiC using mixed abrasive slurry (MAS). CIRP Annals -Manufacturing Technology 59, 2010, 333-336.
- [14] ZANG, L.C. Dependence of pad performance on its texture in polishing mono-crystalline silicon wafers. International Journal of Mechanical Sciences. 2009, č. 52.
- [16] WALKER, David D. Use of the 'Precessions' TM process for prepolishing and correcting 2D & 2½D form. London. University College London.
- [17] OptoTech: Polishing. OptoTech [online]. 2005 - 2014 [cit. 2014-05-16]. Dostupné z: <http://www.optotech.de/uk/precision/aspheres/polishing/>
- [18] Tile on plaster tool. Artinso [online]. 1996 - 2010 [cit. 2014-05-16]. Dostupné z: <http://www.artinso.com/astronomy/plaster-tool.html>
- [19] POLÁK, Jaroslav. Nanoabraziva TOPTEC návrh plánu na 2014 [Interní prezentace]. Turnov, 2013 [cit. 09.05.2014].
- [20] Flats and Lenses. ACPO [online]. 2012 [cit. 2014-05-16]. Dostupné z: <http://www.acpo.csiro.au/flats.htm>